



Eduardo Miguel da Silva Marques

Licenciado em Bioquímica

Eliminação de dióxido de titânio em cremes de pasteleiro

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Tecnologia e Segurança Alimentar

Orientador: Doutora Ana Lúcia Monteiro Durão Leitão,
Professora Auxiliar, FCTNOVA

Co-orientador: Mestre João Carlos Fernandes Duarte,
Investigação e Desenvolvimento,
Empresa X

Júri:

Presidente: Doutora Ana Luísa Almaça da Cruz Fernando – FCTNOVA

Arguente: Doutor Victor Gomes Lauriano de Souza – INL

Vogal: Doutora Ana Lúcia Monteiro Durão Leitão – FCTNOVA



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Novembro, 2020



Eduardo Miguel da Silva Marques

Licenciado em Bioquímica

Eliminação de dióxido de titânio em cremes de pasteleiro

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Tecnologia e Segurança Alimentar

Orientador: Doutora Ana Lúcia Monteiro Durão Leitão,
Professora Auxiliar, FCTNOVA

Co-orientador: Mestre João Carlos Fernandes Duarte,
Investigação e Desenvolvimento,
Empresa X

Júri:

Presidente: Doutora Ana Luísa Almaça da Cruz Fernando – FCTNOVA

Arguente: Doutor Victor Gomes Lauriano de Souza – INL

Vogal: Doutora Ana Lúcia Monteiro Durão Leitão – FCTNOVA



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Novembro, 2020

Eliminação de dióxido de titânio de cremes de pasteleiro

Copyright © 2020 Eduardo Miguel da Silva Marques, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Dedicado à minha irmã.

Agradecimentos

A presente dissertação de mestrado não teria sido possível sem a contribuição de várias pessoas cujo apoio é apreciado de forma sincera.

Em especial um agradecimento à Professora Doutora Ana Lúcia Monteiro Durão Leitão, minha orientadora, pela disponibilidade para orientar este trabalho, pela revisão, ajuda e sugestões, pela partilha de conhecimento, pela forma como motiva os alunos a serem cada vez melhores e a seguirem sempre em frente sem desistir.

À Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade Nova de Lisboa, e aos docentes que me acompanharam neste longo percurso, um muito obrigado pela qualidade de ensino que sempre superou as minhas expectativas desde o primeiro dia em que entrei nesta instituição.

Ao meu co-orientador Mestre João Duarte, pela ajuda e disponibilidade constantes e acima de tudo paciência e simpatia para responder a todas as minhas perguntas durante o estágio.

À Engenheira Cristina Casanova, responsável do departamento de I&D, pela oportunidade de estagiar na empresa, por toda a informação cedida e pelo apoio.

À Inês, ao José, à Paula, à Cátia, à Virgínia, à Nídia, à Rita F, ao André, e a todos os colegas que contribuíram para esta dissertação, agradeço o apoio, motivação, partilha de conhecimentos, disponibilidade, amizade e colaboração.

À minha família e amigos, por todo o apoio em especial ao Jaime, à Mariana, ao Tiago, à Marisa, à Silvia, e ao David.

Resumo

Após a proibição da utilização de dióxido de titânio (E171) no mercado Francês, muitas empresas por toda a Europa decidiram começar a substituir este aditivo nos seus produtos. Recentemente em outubro de 2020 o Parlamento Europeu levantou uma objeção contra a proposta de emenda à especificação e utilização de E171, que foi aceite. Foi pedido à Comissão que aplique o princípio de precaução e que remova o E171 da lista de aditivos alimentares permitidos na União Europeia. Estes desenvolvimentos podem resultar na proibição de E171 num futuro próximo, que teria um impacto enorme dada a sua utilização em diversas aplicações. Este trabalho pretendeu testar diferentes estratégias de substituição de E171 em seis pré-preparados de creme de pasteleiro na Empresa X. As estratégias testadas foram misturas lácteas, corantes, e misturas emulsionantes. A substituição mais viável foi com emulsionante ME2 e foi submetida a avaliação de características organoléticas, colorimétrica, de estabilidade (calor e sinérese), de aplicação, de qualidade (pH e textura) e de custo financeiro. Os resultados indicaram que o emulsionante ME2 apresenta uma capacidade opacificante semelhante a E171 numa substituição de 1:5, no entanto resultam diferenças reológicas que necessitam ser avaliadas com maior detalhe. Este trabalho indica que neste tipo de produtos é possível substituir E171 utilizando emulsionantes.

Palavras-chave: Dióxido de titânio; substituição de E171; aditivo alimentar corante; cremes de pasteleiro.

Abstract

After France banned the use of titanium dioxide (E171) on its market, many companies across Europe decided to start replacing this additive in their products. Recently in October 2020, the European Parliament raised an objection against the proposed amendment to the specification and use of E171, that was accepted. The Commission was requested to apply the precautionary principle, and to remove E171 from the list of permitted food additives in the European Union. These developments could result in the ban of E171 soon, which would have a huge impact given its use in several applications. This work aimed to test different strategies for replacing E171 in six pastry cream powder mixes at Company X. The tested strategies were dairy mixes, color additives, and emulsifying mixtures. The most viable replacement was with ME2 emulsifier and was subjected to organoleptic, colorimetric, stability (heat and syneresis), application, quality (pH and texture) and financial cost assessment. The results indicated that the ME2 emulsifier has an opacifying capacity similar to E171 in a 1:5 substitution, however this results in some rheological differences that need to be evaluated in more detail. This work indicates that in this type of products it is possible to replace E171 using emulsifiers.

Keywords: Titanium dioxide; E171 replacement; food coloring additive; pastry cream.

Índice de Matérias

1. ENQUADRAMENTO	1
2. EMPRESA.....	3
3. INTRODUÇÃO	5
3.1. EVOLUÇÃO DA INDÚSTRIA ALIMENTAR	5
3.2. SISTEMA DE SEGURANÇA ALIMENTAR.....	5
3.3. DESAFIOS NA SEGURANÇA ALIMENTAR.....	7
3.4. PERCEÇÃO DE QUALIDADE ALIMENTAR.....	8
3.5. EXPECTATIVAS DO CONSUMIDOR	8
3.6. ADITIVOS ALIMENTARES	10
3.7. CORANTES ALIMENTARES	11
3.8. DIÓXIDO DE TITÂNIO (E171).....	12
3.9. O PRIMEIRO PRÉ-PREPARADO DE PASTELARIA.....	13
3.10. OBJETIVOS	14
4. METODOLOGIA	15
4.1. ESCOLHA DA ESTRATÉGIA DE SUBSTITUIÇÃO	15
4.2. APLICAÇÃO ÀS RESTANTES RECEITAS	20
4.3. ESTUDO DE TAMANHO DE PARTÍCULAS DO E171.	20
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
5.1. SUBSTITUIÇÃO DE DIÓXIDO DE TITÂNIO	23
5.1.1. <i>Escolha da estratégia de substituição</i>	23
5.1.2. <i>Aplicação às restantes receitas</i>	29
5.1.3. <i>Avaliação de Características Organoléticas</i>	35
5.1.4. <i>Avaliação colorimétrica</i>	37
5.1.5. <i>Avaliação de Estabilidade</i>	44
5.1.6. <i>Avaliação de Aplicação</i>	47
5.1.7. <i>Avaliação de Qualidade</i>	48
5.1.8. <i>Avaliação de Custo</i>	51
5.1.9. <i>Estudo de tamanho de partícula do E171</i>	52
5.2. INVESTIGAÇÃO DO PORTEFÓLIO DE MATÉRIAS-PRIMAS DA EMPRESA X	54
6. CONCLUSÃO	59
7. PERSPECTIVAS FUTURAS	61
BIBLIOGRAFIA	63
ANEXOS	69

Índice de Figuras

Figura 3.1: Hierarquia de necessidades aplicada ao comportamento do consumidor.	9
Figura 4.1: Instrumentos (a) batedeiras; (b) Medidor de pH; (c) Texturómetro.	16
Figura 4.2: Esquema da escolha de estratégia de substituição de E171.	17
Figura 4.3: Esquema de processo de validação do produto proposto.	17
Figura 4.4: Prova triangular organolética.	17
Figura 4.5: Instrumentos (a) batedeira portátil; (b) e (c) Colorímetro.	18
Figura 4.6: Testes de estabilidade (a) ao calor; (b) na batedeira; e (c) de sinérese.	19
Figura 4.7: Teste de aplicação no Creme 3. P: Referência; T: Teste.	19
Figura 4.8: Ensaio de avaliação de textura obtido por Texturómetro.	20
Figura 4.9: Esquema de aplicação às restantes receitas.	20
Figura 4.10: Gráfico de distribuição de tamanho de partícula (adaptado de Brar & Verma (2011)). .	21
Figura 5.1: Aspeto do Creme 1: “Ref”, referência (receita original com E171); “Sem”, controlo (amostra sem E171).	24
Figura 5.2: Ensaio com misturas lácteas (ML). Referência (receita original com E171); amostra ML2 e amostra ML5 (da esquerda para a direita).	25
Figura 5.3: Ensaio com corantes (C): (a) amostras C4, C1 e C2 (esquerda para direita); (b) Referência (receita original com E171), amostra C4, amostra C1 e amostra C2 (esquerda para direita)...	26
Figura 5.4: Ensaio no corante C5. (a) substituição 1:1 (b) 1:5.	26
Figura 5.5: Teste no forno em ensaios preliminares com emulsionantes (ME): (a) amostra de Referência; (b) amostra ME1; (c) amostra ME2.	27
Figura 5.6: Ensaio no Creme 1 após alterações finais: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, referência (receita original com E171); “Sem”, controlo (amostra sem E171) ; “Teste”, creme 1.	29
Figura 5.7: Ensaio no Creme 2: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 2.	31
Figura 5.8: Ensaio no Creme 3: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 3.	32
Figura 5.9: Ensaio no Creme 4: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 4.	33
Figura 5.10: Ensaio no Creme 5: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 5.	33
Figura 5.11: Ensaio no Creme 6: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 6.	34
Figura 5.12: Diferença total de cor para as amostras sem E171 (“Sem”) e para as formulações propostas para os vários cremes (“Teste”). Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de	

desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.	39
Figura 5.13: Tonalidade da cor em amostras com E171 ("Ref"), sem E171 ("Sem") e dos vários cremes propostos ("Teste"): (A) Cremes 1, 2, 3, 4 e 6; (B) Creme 5. Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.....	40
Figura 5.14: Saturação da cor em amostras com E171 ("Ref"), sem E171 ("Sem") e dos vários cremes propostos ("Teste"). Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.	41
Figura 5.15: Luminosidade da cor em amostras com E171 ("Ref"), sem E171 ("Sem") e dos vários cremes propostos ("Teste"). Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.	43
Figura 5.16: Avaliação de estabilidade no forno para todos os cremes.	45
Figura 5.17: Teste bateadeira no Creme 2: a) 3 min; b) 5 min; c) 7 min; d) 9 min; e) 15 min; f) 20 min.	46
Figura 5.18: Teste de sinérese no Creme 5.	47
Figura 5.19: Avaliação de aplicação em todos os cremes: a) creme 1; b) creme 2; c) creme 3; d) creme 4; e) creme 5; f) creme 6.	47
Figura 5.20: Integração dos gráficos de textura para as amostras de referência ("Ref") de todos os cremes.....	49
Figura 5.21: Ensaio de avaliação de textura em amostras dos vários cremes propostos ("Teste"): (A) Creme 1; (B) Creme 2; (C) Creme 3; (D) Creme 4; (E) Creme 5 e (F) Creme 6.....	50
Figura 5.23: Análise de tamanho de partículas por DLS na amostra de E171.	52
Figura A.1: Anexo I - <i>Raw Material Specification</i> (1/4).....	69
Figura A.2: Anexo I - <i>Raw Material Specification</i> (2/4).....	70
Figura A.3: Anexo I - <i>Raw Material Specification</i> (3/4).....	71
Figura A.4: Anexo I - <i>Raw Material Specification</i> (4/4).....	72
Figura A.5: Anexo II - Especificação do Produto.....	73
Figura A.6: Anexo III - Ficha de Ensaio.....	74
Figura A.7: Anexo IV - Questionário de prova triangular organolética.	75
Figura A.8: Anexo V - Ficha de análise colorimétrica.....	76

Índice de Tabelas

Tabela 4.1: Parâmetros de análise de textura.	20
Tabela 5.1: Tabela de resumo de resultados em “ensaios preliminares” no Creme 1.	24
Tabela 5.2: Resumo dos ensaios primários e secundários no Creme 1.	28
Tabela 5.3: Alterações finais no Creme 1.	29
Tabela 5.4: Alterações finais em todos os cremes.	34
Tabela 5.5: Avaliação de características organoléticas realizada por membros do I&D.	36
Tabela 5.6: Avaliação de características organoléticas realizada pelo painel de provadores. ...	37
Tabela 5.7: Médias (\bar{X}) e desvio padrão (s) para os parâmetros calculados e para L^*	38
Tabela 5.8: Intervalos padrão e resultados da avaliação de qualidade (pH e textura) para todos os cremes.	48
Tabela 5.9: Avaliação de custo para todos os cremes.	51
Tabela A.9.1: Anexo VI - Resumo dos ensaios para todos os cremes.	77

Lista de Abreviaturas e Siglas

μ_q : Mobilidade elétrica

5-HMF: 5-hidroximetilfurfural

a*: Variação de gama de cores entre vermelho e verde

ADI: Valor de Ingestão diária aceitável

ANOVA: Análise de variância

ASAE: Autoridade de Segurança Alimentar e Económica.

b*: Variação de gama entre amarelo e azul

BRC: *British Retail Consortium*

C*: Valor de Coordenadas *Chroma*

CCP: Ponto Crítico de Controlo

D: Movimento de difusão de partícula

D_H: Diâmetro hidrodinâmico

DLS: *Dynamic light scattering*

E171: Aditivo dióxido de titânio utilizado em alimentos

EFSA: *European Food Safety Authority*

EUA: Estados Unidos da América

FAO: *Food and Agriculture Organization*

FIAP: *Food Improvement Agent Package*

GFSI: *Global Food Safety Initiative*

h°: Ângulo de *Hue*

HACCP: *Hazard Analysis and Critical Control Point*

I&D: Investigação e Desenvolvimento

IFT: *Institute of Food Technologists*

INFOSAN: *International Food Safety Authorities Network*

k_B : Constante de Boltzmann

L^* : Variação de Luminosidade

ME: Misturas emulsionantes

ML: Misturas lácteas

MP: Matéria-prima

NASA: *National Aeronautics and Space Administration*

OECD: *Organisation for Economic Co-operation and Development*

OMS: Organização Mundial de Saúde

q : Carga elétrica

r : Raio da partícula

RSPO: *Roundtable on Sustainable Palm Oil*

T : Temperatura absoluta

TEM: Microscopia eletrônica de transmissão

UE: União Europeia

ΔE : Valor de diferença total de cor

η : Viscosidade do fluido onde a partícula está suspensa

ENQUADRAMENTO

A utilização de aditivos na indústria alimentar tem sido alvo de um enorme escrutínio em todo o mundo, em particular na União Europeia. Em prol da defesa dos direitos do consumidor, as empresas são pressionadas a melhorarem a sua qualidade e a qualidade dos seus produtos. Essa pressão é exercida principalmente por duas forças: a tendência de mercado e a legislação.

Na atualidade observa-se uma procura crescente do consumidor por produtos com menos aditivos, mas com a mesma qualidade. Isto, por um lado, gera uma oportunidade de desenvolvimento e competitividade para as empresas, mas também pode dificultar a garantia de qualidade e padronização dos produtos que até então se sustentava na utilização destes químicos.

Neste trabalho, pretende-se substituir um aditivo corante (dióxido de titânio) em produtos de pastelaria num contexto industrial e identificar que outras matérias-primas utilizadas na mesma fábrica poderão ser substituídas tendo em conta a tendência de mercado e estudos científicos. E por fim refletir sobre qual será o futuro do dióxido de titânio em produtos alimentares. Deste modo, o presente trabalho pretende ser um contributo para a Empresa X ampliando o seu conhecimento sobre o efeito do dióxido de titânio nos seus produtos, estratégias possíveis para o substituir, e uma visão global, atual e crítica do seu portefólio de matérias-primas.

Esta dissertação está dividida em sete capítulos e tem a seguinte estrutura: **Capítulo 1** – “Enquadramento” – Identificação do problema, objetivos do trabalho e definição da estrutura do documento; **Capítulo 2** – “Empresa” – Uma breve descrição da empresa e do departamento onde o trabalho desta dissertação foi realizado; **Capítulo 3** – “Introdução e Objetivos” – Uma introdução teórica sobre a utilização de aditivos na indústria alimentar, tendências de mercado e do consumidor, corantes, dióxido de titânio e pré-preparados de pastelaria. Seguida dos objetivos do trabalho em mais detalhe; **Capítulo 4** – “Metodologia” – É discriminado o processo de desenvolvimento dos produtos, bem como a avaliação da sua qualidade final, os materiais e aparelhos utilizados; **Capítulo 5** – “Resultados e Discussão” – São apresentados e discutidos os principais resultados da avaliação de qualidade de cada creme desenvolvido e um resumo da investigação ao portefólio de matérias-primas; **Capítulo 6** – “Conclusão” – São apresentadas as principais conclusões em duas partes: Substituição do dióxido de titânio; e a investigação do portefólio de matérias-primas; e o **Capítulo 7** – “Perspetivas Futuras” – Reflexão sobre o futuro da utilização do aditivo dióxido de titânio em alimentos.

EMPRESA

A identidade da empresa X será mantida em anonimato. É uma empresa de comércio e indústria de produtos alimentares, importação e exportação de produtos alimentares em geral. A sua atividade assenta na fabricação de fermentos, leveduras e adjuvantes para panificação e pastelaria sediada no concelho de Palmela. Esta empresa faz parte de um grupo multinacional estabelecido em Michigan nos Estados Unidos da América que começou por produzir pré-preparados de donut em 1920, mas que agora produz e distribui mais de 4000 produtos de padaria e pastelaria. Está presente em 105 países com mais de 5000 colaboradores.

A empresa X é certificada pela norma *British Retail Consortium* (BRC) com grau AA, e possui certificação *Halal*, *Kosher* e *Roundtable on Sustainable Palm Oil* (RSPO). Adicionalmente tem implementadas políticas de: segurança e qualidade alimentar; saúde e segurança no trabalho; ambiente e sustentabilidade; e responsabilidade social. Esta possui os sectores de Produção, Venda e Apoio ao Cliente, Qualidade e Investigação e Desenvolvimento (I&D). Mas o trabalho desta dissertação envolveu em particular a colaboração dos departamentos de I&D e de Qualidade.

O departamento de I&D tem como objetivo captar as necessidades no desenvolvimento de novos produtos e traduzi-las em especificações de produto. Tudo começa com alguma necessidade que pode surgir da área comercial, da cadeia logística, legislação, entre outras. A partir desta necessidade planifica-se um projeto. São recolhidos dados iniciais, definem-se as especificações iniciais e são realizadas provas em produção, laboratório, controlo de qualidade e *shelf-life*. Seguidamente o protótipo é revisto, verificado e validado. Desta forma o I&D cria receitas, especificações de produtos ou matérias-primas, homologa fornecedores e define especificações de controlo.

Entre os vários produtos que a Empresa X produz, os pré-preparados de creme de pasteleiro são os que representam a maior fração das vendas. Dos três tipos de cremes fabricados, este trabalho incidirá apenas em um: cremes-a-frio. Isto porque os cremes-a- quente e recheios prontos-a-usar não utilizam dióxido de titânio. Os pré-preparados de creme-a-frio são misturas em pó à base de amido pré-gelatinizado a que o cliente adiciona água e/ou leite ou açúcar obtendo o produto final pronto a consumir sem necessitar de mais preparações.

Para a produção destes pré-preparados as matérias-primas são controladas à receção, armazenadas, pesadas e adicionadas à misturadora. Após o tempo de mistura, o produto passa por crivos com dimensões variáveis conforme a linha de produção. O produto é então embalado e passa por um detetor de metais, que constitui o Ponto Crítico de Controlo (CCP) da fábrica. São recolhidas amostras para o Controlo de Qualidade e o produto acabado é acondicionado em paletes, armazenado e expedido.

INTRODUÇÃO

3.1. Evolução da Indústria Alimentar

Ao longo da história o ser humano adaptou a forma como produz e processa os alimentos. Entre 1760 e 1840 a Revolução Industrial veio substituir o trabalho manual por máquinas e sistemas mecanizados industriais. Anos mais tarde, durante a Revolução tecnológica (1870-1914), surgem as primeiras linhas de produção industrial em diversos sectores incluindo o alimentar. Estas mudanças além de reduzirem a enorme necessidade de mão de obra nas zonas agrícolas, também adicionou uma dimensão comercial a esta atividade que, até então, era predominantemente subsistente. As melhorias tecnológicas de processamento e conservação alimentar e o aumento de produção deu a oportunidade às pessoas de se movimentarem para zonas mais urbanas. E tecnologias como a refrigeração, pasteurização, enlatamento e adição de substâncias químicas, permitiam aumentar o tempo de prateleira e satisfazer as necessidades do novo mercado (Volkert & Serrur, 2020).

Mas foi entre 1950 e 1960 que a indústria alimentar sofreu um crescimento sem antecedentes, resultante do desenvolvimento de novas tecnologias como a fertilização química. A utilização de fertilizantes sintéticos azotados ganhou tanta popularidade que permitiu o aumento da produção de alimentos ao ponto de sustentar o crescimento da população em cerca de 5 bilhões de pessoas em apenas 70 anos. Hoje a indústria alimentar a nível global está estimada a valer 3,5 biliões de euros em 2020, e produz 3,9 mil milhões de toneladas de alimentos por ano (Erisman et al., 2008; Worldometers, 2020).

3.2. Sistema de segurança alimentar

Quando a produção de alimentos adquiriu uma escala industrial, surgiu também a necessidade de controlar a qualidade e segurança desses processos, no entanto só em 1960 é

desenvolvido o primeiro sistema de gestão de segurança alimentar conhecido por *Hazard Analysis and Critical Control Point* (HACCP). Este sistema foi criado pela *National Aeronautics and Space Administration* (NASA) e pelos laboratórios das Forças Armadas dos EUA, motivados pela necessidade de garantir a segurança dos alimentos enviados em expedições espaciais. Apesar de nessa altura incidir principalmente em perigos microbiológicos, foi sofrendo atualizações até alcançar a recomendação pela Organização mundial de saúde (OMS) e pela *Food and Agriculture Organization* (FAO) em 1980 em pequenas e médias empresas. Atualmente contempla perigos físicos, biológicos, químicos, alergénios e é um pré-requisito de segurança alimentar em qualquer empresa do setor alimentar. Em 1963 as organizações mundiais OMS e FAO desenvolveram o *Codex Alimentarius* – uma coleção de normas, códigos de boa prática, diretrizes e recomendações relativas à segurança alimentar e proteção do consumidor (WHO, 2020a).

Na década de 90 ocorrem as crises alimentares que finalmente desencadeiam mudanças significativas a nível legislativo na Europa sobre estas matérias, como o enquadramento legal do sistema HACCP através da Diretiva 93/43/CEE. Em 1996 a União Europeia (UE) impõe um embargo a toda a exportação de carne bovina do Reino Unido derivado da crise alimentar da encefalopatia espongiforme bovina (*Bovine Spongiform Encephalopathy*, BSE), também conhecida por doença das vacas loucas. Um ano depois a Comissão Europeia decide publicar o Livro Verde sobre os princípios gerais da legislação alimentar na UE. É então lançado um debate público para reavaliar até que ponto a legislação em vigor na altura satisfazia as necessidades e expectativas do consumidor. Deste debate resultou o Livro Branco sobre a segurança dos alimentos, que descrevia um conjunto de ações necessárias para atualizar a legislação europeia nesta matéria. Por fim, entra em vigor o Regulamento (CE) N° 178/2002, que institui a *European Food Safety Authority* (EFSA) que fornece pareceres científicos independentes sobre segurança alimentar à comunidade europeia. Este organismo dispõe de um comité de especialistas nas várias áreas da cadeia alimentar e colabora com as autoridades nacionais de segurança alimentar de cada estado-membro. No caso de Portugal essa autoridade é a Autoridade de Segurança Alimentar e Económica (ASAE), que através do Regulamento (CE) N° 852/2004 contribui para que o setor alimentar siga as regras estabelecidas no que respeita a segurança dos géneros alimentícios.

Numa sociedade globalizada é fundamental que exista comunicação eficaz e harmonizada, não só nas cadeias de fornecimento alimentar a nível nacional, mas também entre todos os mercados numa escala internacional. Neste sentido, a OMS e a FAO criaram o sistema de alerta para emergências alimentares: *International Food Safety Authorities Network* (INFOSAN). A nível europeu a EFSA utiliza o sistema *Rapid Alert System for Food and Feed* (RASFF). Em conjunto, estas entidades asseguram a gestão do sistema de segurança alimentar.

3.3. Desafios na segurança alimentar

Todos os anos morrem aproximadamente 420 mil pessoas devido a infeções ou intoxicações alimentares, sendo que um terço dessas são crianças com menos de cinco anos. Adicionalmente também se estima que uma em cada dez pessoas adoeca desta causa. E apesar da evidente melhoria na Europa nas últimas duas décadas no que diz respeito a segurança alimentar, por ano cerca de 5000 pessoas perdem a vida e 23 milhões adoecem por infeções ou intoxicações alimentares (World Health Organization, 2015).

Verificam-se que os principais perigos causadores destas doenças e efeitos agudos continuam a ser os agentes biológicos. Estes abrangem bactérias, vírus, parasitas e priões. Mas também agentes químicos de origem biológica, como toxinas naturais produzidas por fungos, bactérias e organismos marinhos. Segundo a OMS os principais fatores responsáveis por esta realidade alarmante são: a manipulação e cocção incorreta dos alimentos; falta de higiene; e a utilização de alimentos e água impróprios para consumo (World Health Organization, 2015).

É importante frisar que a evolução do conhecimento e da tecnologia de diagnóstico deste género de doenças também contribuíram para identificar origens alimentares quando no passado seriam atribuídos a causas desconhecidas. E também que esta realidade afeta muito mais países em desenvolvimento. No entanto atualmente a segurança alimentar a nível global enfrenta outros desafios emergentes que requerem também grande atenção além dos perigos microbiológicos (WHO, 2020b). Os cinco principais são:

- Mudanças na indústria: Maior importação de produtos, criação de novos aditivos, alterações nas dietas do consumidor;
- Mudanças no meio ambiente: utilização de pesticidas, fertilizantes, antibióticos e outras substâncias bioacumuláveis e persistentes no ambiente;
- Dificuldades de colaboração e transparência entre os governos, produtores e consumidores;
- Fraude. Principalmente como crime económico, podendo resultar em problemas de segurança alimentar como utilização de aditivos e aromatizantes não autorizados ou não controlados;
- Complexidade e natureza morosa em avaliar os efeitos crónicos de substâncias e limitações da ciência e tecnologia.

3.4. Percepção de Qualidade Alimentar

Definir o que é um alimento seguro, apesar dos seus desafios, é mais simples do que definir o que é um alimento com qualidade. A qualidade hoje é um conceito complexo, subjetivo e acima de tudo em constante mudança influenciada pelas expectativas e necessidades dos consumidores. A razão pela qual a qualidade alimentar, nas últimas décadas, se tornou um tema central na economia dos alimentos é que os consumidores estão cada vez mais informados, exigentes, preocupados com a sua saúde e com o ambiente. E todos estes fatores condicionam profundamente a ideia de qualidade e por consequência o comportamento de compra do consumidor (Mascarello *et al.*, 2015).

O conceito de “percepção” de qualidade alimentar é então uma forma mais realista de olhar para este tema. E é necessário investigar continuamente as alterações que sofre ao longo do tempo e em diferentes geografias, para que represente da melhor forma a realidade. Tendo também em conta que muitas vezes a percepção de qualidade do consumidor pode ser contraditória ao ponto de impedi-lo de reconhecer o que tem ou não qualidade ou de exigir qualidades em produtos cuja natureza não permite (Petrescu *et al.*, 2020).

Existem vários modelos que tentam avaliar a qualidade alimentar. Mas é difícil encontrar um que consiga representar a realidade em diferentes circunstâncias e ao longo dos anos. No estudo de Petrescu *et al.* (2020) é desenvolvido um questionário com base na literatura e nos modelos existentes, como o modelo de (Peri, 2006) de forma a encontrar os requisitos mais procurados em 797 consumidores belgas e romenos. O estudo mostra que no geral os consumidores investigados utilizam as seguintes características para avaliar a qualidade de um produto: frescura, sabor, aparência (associando qualidade a produtos agradáveis); lista de ingredientes, a composição nutricional e presença de aditivos (associando qualidade a saúde e a impacto ambiental); e por fim a forma de embalagem, a origem do alimento e como é produzido. Concluindo assim que este conjunto de consumidores inquiridos consideram também importantes a salubridade e o impacto ambiental do produto na sua qualidade, além das características organoléticas (Petrescu *et al.*, 2020).

3.5. Expectativas do Consumidor

Em 1943 o psicólogo americano Abraham Maslow propôs a teoria da hierarquia das necessidades, mais conhecida como a pirâmide de Maslow. Esta consiste num sistema de classificação que identifica as necessidades básicas universais da sociedade na base e ascende até

necessidades de desenvolvimento pessoal no topo. No artigo de Volkert (2020) este sistema é aplicado ao comportamento do consumidor na escolha de alimentos (**Figura 3.1**).

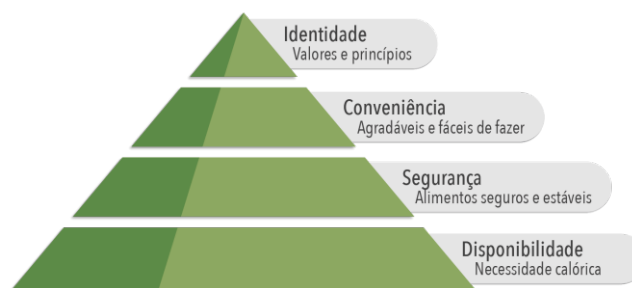


Figura 3.1: Hierarquia de necessidades aplicada ao comportamento do consumidor.

Na base da pirâmide está a primeira e mais básica necessidade: as calorias que os alimentos providenciam – “Disponibilidade”. Depois de garantir esta importante e básica etapa, vem o seguinte patamar: a “Segurança”. Surge então a motivação de procurar alimentos livres de contaminações e que não prejudiquem a nossa saúde. O próximo nível é o da “Conveniência”, onde o consumidor procura alimentos agradáveis e fáceis de preparar. No topo da pirâmide o consumidor quer que os alimentos reflitam os seus valores e princípios sociais, ambientais e pessoais (Maslow, 1943; Volkert & Serrur, 2020).

Então quais são estes valores e princípios que criam as expectativas dos consumidores? O *Institute of Food Technologists* (IFT) publicou em 2018 um artigo onde descreve as tendências mais observadas durante uma das suas exposições organizadas nesse ano. A IFT é uma associação internacional sem fins lucrativos de profissionais e acadêmicos de ciência e tecnologia alimentar com 17 mil membros em mais de 95 países. Nesse artigo descrevem seis atributos onde as empresas têm investido para corresponder às expectativas dos consumidores. Estas são: sabores, texturas, características nutritivas, ausência de aditivos (*clean label*), ingredientes à base de plantas e redução de açúcares (Nachay & Malochleb, 2018).

Outra perspectiva é proposta pela empresa de pesquisa de mercado *Euromonitor International*, que determinou no seu relatório anual de 2019 algumas das maiores tendências que influenciam os valores do consumidor: transparência na informação, autenticidade dos produtos e preocupação com o ambiente e com os animais (Angus & Westbrook, 2019).

Num artigo de revisão de Szűcs *et al.* (2019) são descritos os fatores que influenciam os motivos e as atitudes dos consumidores a procurar alimentos naturais, orgânicos e *clean label*. Os resultados numa amostra de 95 estudos relevantes (entre 2012 e 2017) mostraram que apesar da “saúde” ser o motivo principal, também contribuem de forma relevante uma variedade vasta de elementos como: características organoléticas do produto; características extrínsecas

como sustentabilidade e informação transparente; e motivos socioculturais como educação, valores pessoais e motivações éticas. É bastante claro que o consumidor nunca foi tão exigente como atualmente (Szűcs *et al.*, 2019).

3.6. Aditivos alimentares

Como referido anteriormente a adição de substâncias químicas começou por ajudar a aumentar o tempo de prateleira dos alimentos. Mas atualmente praticamente todos os alimentos processados têm na sua lista de ingredientes vários aditivos. A diversidade de funções é extremamente ampla, desde emulsionantes, conservantes, espessantes, antioxidantes, estabilizantes, corantes, aromatizantes, reguladores de acidez, impulsores, sequestrantes, nutrientes, anti-aglomerantes, adoçantes e outros. E todos eles passam por um processo de avaliação, autorização e identificação de número E para serem permitidos nos alimentos de acordo com o Regulamento (UE) N.º 1169/2011.

Desde 2008 que os aditivos alimentares são controlados de acordo com o *Food Improvement Agent Package* (FIAP) adotado pela União Europeia que define procedimentos de avaliação e autorização harmonizados. Este conjunto de procedimentos aplicam-se não só a aditivos como a enzimas e a aromatizantes como definido no Regulamento (UE) N.º 1331/2008. Adicionalmente os Regulamentos (UE) N.º 1332/2008, 1333/2008 e 1334/2008 estabelecem normas relativas às enzimas, aditivos e aromatizantes alimentares respetivamente.

Estas substâncias são avaliadas pela Autoridade Europeia para a Segurança dos Alimentos (EFSA) durante o processo de autorização. Mas em 2010, através do Regulamento (UE) N.º 257/2010, a Comissão Europeia solicitou à EFSA que reavaliasse o risco de todos os aditivos autorizados previamente à data de 20 de janeiro de 2009. E desta reavaliação alguns aditivos tiveram de ser retirados ou utilizados em quantidades mais reduzidas. Isto porque, por um lado, a ciência evolui e os métodos de análise são melhorados, e por outro, um número mais elevado de estudos relevantes proporciona uma avaliação mais realista das substâncias.

Apesar disto os consumidores assumem uma posição pessimista perante a utilização de aditivos alimentares pois concentram-se mais na informação negativa do que na informação positiva, independentemente da sua veracidade e fundamento. E a perceção geral do consumidor é que a utilização de aditivos é excessiva, desnecessária e apenas serve para aumentar o lucro do fabricante. Perante isto as empresas são pressionadas a usar menos aditivos e em alguns casos a escolher alternativas que podem não ser necessariamente melhores para o consumidor (Zhong *et al.*, 2018).

Um dos desafios principais no mundo dos aditivos é restabelecer a confiança dos consumidores. No artigo de Szűcs *et al.* (2019) onde são descritos os fatores que contribuem para a desconfiança dos consumidores nos aditivos, chegam à conclusão que apesar do importante papel da EFSA no processo de reavaliação dos aditivos, são também necessárias mais iniciativas como: reavaliar as quantidades de aditivos presentes na cadeia de fornecimento por parte das próprias indústrias de forma a otimizar o tempo de prateleira e outras necessidades comerciais dentro do que é razoável; melhorar a comunicação com os consumidores para eliminar ideias não fundamentadas pela ciência; e tentar compreender melhor as necessidades do consumidor auxiliando-o nas suas escolhas alimentares (Szűcs *et al.*, 2019).

3.7. Corantes alimentares

O programa de reavaliação dos aditivos solicitado pela Comissão Europeia à EFSA no Regulamento (UE) No 257/2010, na realidade já tinha começado em 2008 com a reavaliação de alguns corantes. Foi o artigo de McCann em 2007 que despoletou esta reavaliação, quando sugeriu uma ligação entre corantes e hiperatividade numa experiência que envolveu expor 153 crianças de três anos e 144 de oito anos a certas misturas de corantes. Dada a dimensão e importância desse estudo, a EFSA publicou o seu parecer concluindo que os seus resultados não podiam ser utilizados para alterar o valor de ingestão diária aceitável (ADI) dos corantes em causa: E102, E104, E110, E124, E129, E122, E211 (EFSA, 2008; McCann *et al.*, 2007).

De qualquer forma, estes corantes foram rapidamente reavaliados individualmente pela EFSA, que apesar de não concluir ligação com efeitos comportamentais, aplicou o princípio da precaução diminuindo o ADI para estes compostos. Posteriormente, no programa pedido pela Comissão Europeia em 2010, os corantes alimentares foram especialmente identificados como o grupo de aditivos prioritário na agenda. A escolha da ordem de prioridade foi baseada em fatores como: o tempo desde a última avaliação, disponibilidade de novas evidências científicas e a quantidade de utilização do aditivo. Todos estes fatores agravaram a posição dos corantes alimentares visto serem o grupo com avaliações de risco mais antigas, com mais estudos recentes disponíveis e dos mais utilizados na indústria alimentar.

Da reputação afetada dos corantes alimentares, juntamente com as novas tendências de mercado, resultou a ampla adoção de corantes de origem natural e vegetal na indústria alimentar. Sendo os carotenóides (E160, E161 e E164), as antocianinas (E163) e as betalaínas (E162) os grupos mais comuns. Outro dos possíveis benefícios muito estudado é a atividade biológica destes componentes. Por exemplo, os carotenóides possuem atividade de pró-vitamina A, ou seja, são convertidos em vitamina A no nosso corpo. Além disso também possuem atividade antioxidante. As antocianinas mostram ter capacidades antioxidantes, anti-inflamatórias,

antimicrobianas e antivirais em estudos *in vitro* e *in vivo* em animais. Estes tipos de compostos vegetais são classificados como metabolitos secundários (não envolvidos em crescimento, desenvolvimento e reprodução) das plantas, pois uma das suas funções é a de combater ataques externos como insetos e bactérias. É por esta razão que têm sido alvo de investigação na área da saúde humana (Rodriguez-Amaya, 2019).

Mas por outro lado também existem desvantagens nos corantes naturais. As duas principais são a fraca estabilidade química e reduzido rendimento de produção (extração e purificação). Comparativamente com os corantes químicos, os corantes vegetais têm menos resistência química a fatores como temperatura, pH, oxigénio, luz, enzimas e outras moléculas interferentes. Por esta razão os estudos mais recentes focam-se em melhoramento da estabilidade através de técnicas de encapsulamento e aumento do rendimento de produção com técnicas de extração mais eficientes. Outros corantes naturais de origem vegetal muito usados são: o anato (E160b), corante de caramelo (E150a-d), a carmina (E120), paprica (E160c) e a curcuma (E100) (Hsieh-Lo *et al.*, 2019; Ribeiro & Veloso, 2020)

3.8. Dióxido de titânio (E171)

No entanto nem todos os corantes químicos têm substitutos naturais bem estabelecidos. É o caso do corante branco dióxido de titânio (E171) que representa em 2019 um mercado de 14,5 mil milhões de euros para todas as suas aplicações. Apesar de ser nas tintas e nos plásticos que este composto é maioritariamente utilizado, continua a não existir uma alternativa viável e competitiva contra o E171 como aditivo alimentar. Com a evolução da nanotecnologia, o dióxido de titânio tem sido ainda mais estudado nas suas várias formas cristalinas (rutilo, anatase e brookita) e dimensões, por demonstrar características químicas e físicas novas quando é reduzido à escala nano. Essencialmente as nanotecnologias apresentam um enorme potencial para melhorar a eficiência em muitas áreas de produção, energia e saúde. No entanto os estudos toxicológicos nesta área ainda estão numa fase muito precoce (Pulidindi & Mukherjee, 2019).

A utilização do dióxido de titânio na forma de corante branco em alimentos deve-se ao seu elevado índice de refração, elevada opacidade, cor branca, brilho, durabilidade, dispersibilidade e estabilidade. Mas também é utilizado como “químico” em quantidades consideráveis em embalagens em contacto com os alimentos, cosméticos, têxteis, papel, entre outros. A presença ampla da forma “química” deste composto em muitos materiais, juntamente com a incerteza da presença de nanopartículas na forma utilizada em alimentos e o pouco conhecimento toxicológico das nanopartículas origina uma certa controvérsia neste aditivo (Haider *et al.*, 2019).

E apesar de a EFSA ter determinado o E171 seguro na sua reavaliação de 2016, é um facto que não houve estudos suficientes para determinar um ADI. Independentemente disto, já

se observa em algumas cadeias de supermercados a preferência por vender produtos sem aditivos como o dióxido de titânio com a justificação da possibilidade de conter nanopartículas que por sua vez também não tem sido bem vista pelo consumidor (EFSA Panel on Food Additives, 2016).

3.9. O primeiro pré-preparado de pastelaria.

As matrizes de estudo escolhidas nesta dissertação foram pré-preparados de creme de pasteleiro. O primeiro pré-preparado de pastelaria foi desenvolvido nos EUA nos anos 30. E o seu desenvolvimento surgiu de forma a aproveitar um recurso excedente na indústria agroalimentar: o melaço. Esta matéria-prima era produzida e usada de forma abundante como adoçante e substrato para produzir rum e álcool etílico. Mas em 1919 foi confirmada a 18ª emenda à constituição dos Estados Unidos da América, conhecida por “Lei seca”, que alguns autores acreditam ter sido a razão pelo armazenamento excessivo de melaço que se observou em várias fábricas. Pensa-se que as empresas estariam a tentar preparar-se para a eminente proibição de produção e venda de bebidas alcoólicas que acabou por durar 14 anos (Sioli, 2005).

Em 1930, a empresa Duff & Sons Inc. aproveitou este excesso geral de melaço e submeteu a primeira patente sobre a tecnologia de pré-preparados em pastelaria fina (Número de patente publicada: US1931892A). Em geral a preparação convencional de produtos de pastelaria é um processo complexo e delicado que implica a utilização de um elevado número de ingredientes com medidas certas e técnicas específicas. Em grandes produções, um erro de pesagem ou a falta de stock de algum ingrediente resulta em perda de dinheiro, tempo, matérias-primas e energia. Foi neste sentido que a utilização de um pré-preparado minimizou estes problemas e simplificou o trabalho do cliente: quem fabrica o produto final (Duff & Dietrich, 1933).

Esta patente de Duff & Sons consistiu na invenção de uma farinha desidratada para obter pão de gengibre utilizando partes iguais de farinha e melaço (útil para dar uso ao excesso de melaço que se observava). Neste processo os ingredientes eram misturados até formar uma massa que depois era desidratada e triturada até formar um pó. Sendo apenas necessário ao cliente adicionar água ao pré-preparado e levar ao forno. Depois da Segunda Guerra Mundial em 1946, a empresa Gen Mills Inc. submeteu uma patente de pré-preparado de pão de gengibre melhorado, que é mais semelhante ao que se faz atualmente: os ingredientes são previamente desidratados, e misturados sem a formação de uma massa ao contrário da patente anterior. Por fim o cliente mistura com água formando a massa que é cozida. (Número de patente publicada: US2496678A) (Salo & Huber, 1950).

A partir desse momento a utilização de aditivos foi sendo adotada de forma a melhorar as várias características dos pré-preparados. Por exemplo a utilização de amidos pré-gelatinizados

em pré-preparados destinados a aplicações a frio, a utilização de conservantes como o sorbato de potássio aumentando o tempo de prateleira, impulsores químicos como o bicarbonato de sódio que ativam no forno fazendo o produto crescer, emulsionantes que garantem a estabilidade, características de textura e aparência, aroma, cor, entre outros.

3.10. Objetivos

A presente dissertação foi o resultado de uma colaboração entre a FCT-UNL, Departamento de Ciências e Tecnologia da Biomassa com o departamento de Investigação e Desenvolvimento da Empresa X no sector dos ingredientes e produtos de pastelaria. A dissertação está enquadrada no Mestrado de Tecnologia e Segurança Alimentar.

Este trabalho teve um objetivo principal e um secundário. O objetivo principal foi testar estratégias para substituir o corante branco dióxido de titânio (E171) em seis pré-preparados de creme de pasteleiro. Com o intuito de atingir este objetivo foram feitos ensaios com diferentes estratégias aplicadas ao primeiro creme. Após avaliar e caracterizar esse primeiro creme, foi escolhida a estratégia a aplicar às restantes cinco receitas. A avaliação dividiu-se em seis etapas: organolética, colorimétrica, estabilidade, parâmetros de controlo de qualidade, aplicação técnica, e custos. Por fim, os resultados das avaliações em cada creme foram discutidos de forma a decidir se a estratégia seria viável para a empresa.

O objetivo secundário consistiu em identificar que outras matérias-primas utilizadas na mesma fábrica poderiam ser substituídas no futuro tendo em conta a tendência de mercado, expectativas do consumidor e estudos científicos mais recentes. Para isto foi feita uma revisão bibliográfica e procedeu-se a uma investigação de todas as matérias-primas no portefólio da empresa, identificando quais as mais prováveis de vir a ser substituídas, explicando o porquê e propondo alternativas.

METODOLOGIA

Cada empresa tem os seus próprios procedimentos de desenvolvimento de receitas e avaliação de produtos. E estes procedimentos muitas vezes são limitados por fatores inerentes à própria empresa. Por essa razão a metodologia utilizada neste trabalho, além de estar fundamentada nos procedimentos da empresa X, também inclui análises adicionais efetuadas na Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa e Faculdade de Medicina da Universidade de Lisboa. Assim foi possível obter mais dados e avaliar de forma mais completa os ensaios para substituir o dióxido de titânio (E171). Como foi o caso da análise colorimétrica e a análise de tamanho de partículas. A metodologia divide-se em três partes: 4.1 - Escolha da estratégia de substituição; 4.2 -Aplicação da estratégia às restantes receitas e respetiva avaliação; e 4.3 - Estudo de tamanho de partículas do E171.

4.1. Escolha da estratégia de substituição

O trabalho teve início com a familiarização com as receitas, ingredientes utilizados e as receitas de aplicação (manipulação do preparado em pó até obter o produto final). A maioria das matérias-primas possuem um documento denominado “*Raw-material Specification*”, onde se encontram as informações mais relevantes sobre o item, como ilustrado no **Anexo I**. E para todos os produtos finais existe a especificação da empresa “Especificação do Produto” ilustrada no **Anexo II**. Neste documento foram omitidas informações confidenciais como receitas, a identidade da Empresa, dos produtos e das matérias-primas.

Antes de cada ensaio é preenchida uma “Ficha de ensaio” com a receita (fornecida pelo colega de I&D), o número do ensaio, o método e os resultados como ilustrado no **Anexo III**. Cada ensaio iniciou-se pela pesagem dos ingredientes com percentagem no pré-preparado aproximadamente maior que 1%, numa balança (*SARTORIUS® BASIC 4100 S*) e os ingredientes com percentagem inferior a 1% foram pesados manualmente numa balança analítica (*METTLER TOLEDO® AB204-S*). Durante o processo de pesagens foram sempre utilizadas luvas de latex, máscara com filtro e bata de laboratório.

4.1 - Escolha da estratégia de substituição

Como cada creme tem um método específico de preparação até produto final, foram solicitados os métodos de aplicação ao departamento de Qualidade. Alguns cremes implicam adicionar açúcar, água e misturar, enquanto outros só lhes são adicionados água antes de misturar. Foram utilizadas batedeiras profissionais (*HOBART® N50-110*) e cubas de aço inoxidável. Estas batedeiras permitem escolher entre 3 velocidades (baixa, média e alta).

Em cada ensaio, após obter o produto final, foram recolhidas pelo menos três amostras de forma a verificar o pH no medidor de pH (*METTLER TOLEDO® FiveEasy pH meter*), a textura no texturómetro (*Stable Micro Systems® TA.XTplus*) e algumas características organoléticas como a cor, opacidade, espessura, *mouthfeel* e sabor, a partir de análise sensorial subjetiva. Foram também preenchidas fichas de ensaio com todas as informações relevantes como: identificação do produto; receita de ingredientes; receita de aplicação; resultados do ensaio e recomendações. Por fim a informação foi guardada digitalmente. Os instrumentos referidos estão ilustrados na **Figura 4.1**.

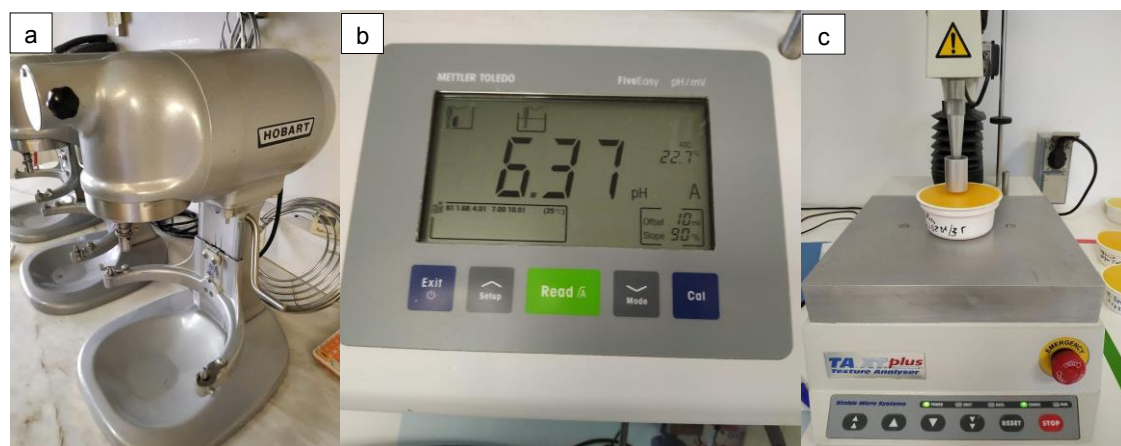


Figura 4.1: Instrumentos (a) batedeiras; (b) Medidor de pH; (c) Texturómetro.

O “Creme 1” foi o produto escolhido para submeter aos ensaios de escolha de estratégia de substituição do dióxido de titânio. Este processo teve quatro etapas: ensaios preliminares; escolha da estratégia; ensaios primários e ensaios secundários como ilustrado na **Figura 4.2**. Os ensaios preliminares consistiram no conjunto de testes que permitiu avaliar que tipo de influência teriam determinados ajustes em ingredientes intrínsecos (já usados na receita) ou extrínsecos (adicionados à receita) na cor do creme na ausência de E171. Os ingredientes extrínsecos testados eram já todos homologados pela Empresa exceto o Corante C5. A escolha da estratégia consistiu em avaliar as vantagens e desvantagens em cada estratégia testada e selecionar a mais favorável entre estas, tendo em conta os resultados. Nos ensaios primários são feitos ajustes no ingrediente de substituição de E171, enquanto que nos ensaios secundários são feitos pequenos acertos na receita para tentar aproximar o máximo possível da aparência do creme original com E171.

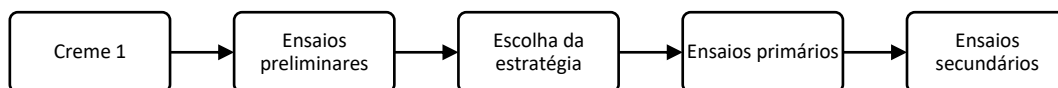


Figura 4.2: Esquema da escolha de estratégia de substituição de E171.

Terminados os ensaios secundários, obtém-se a proposta de produto que entra no “Processo de Validação”. Para este processo foram propostas cinco etapas de avaliação, como ilustrado na **Figura 4.3**.

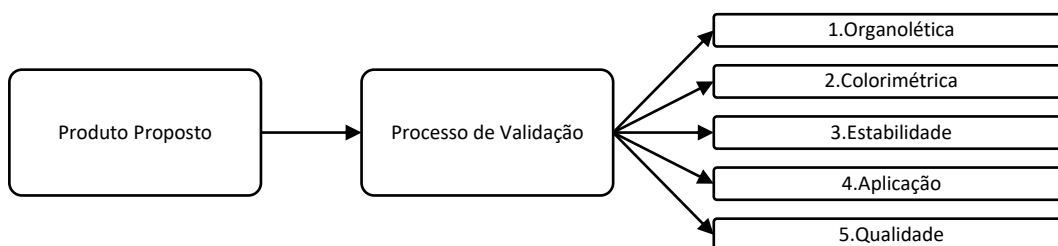


Figura 4.3: Esquema de processo de validação do produto proposto.

Na primeira etapa “Organolética”, a avaliação das características organoléticas é obtida por análise sensorial realizada ao produto pela equipa de I&D e por um painel de provadores. A avaliação é feita utilizando uma prova triangular onde foram colocadas três amostras identificadas com um código (**Figura 4.4**), onde uma amostra era diferente das outras duas. A prova permite identificar pequenas diferenças sensoriais entre dois produtos muito semelhantes entre si. No painel de provadores 80% dos elementos eram do sexo feminino, 20% do sexo masculino e com idades entre os 25 e os 40 anos. Os elementos não tinha conhecimento prévio da avaliação nem da identificação das amostras. Foi entregue a cada um “Questionário de prova triangular” que se encontra no **Anexo IV**. Cada provador executou o teste sem comunicar com ninguém, num espaço fechado livre de odores, bem iluminado e com água disponível para limpar o paladar entre amostras.



Figura 4.4: Prova triangular organolética.

Na segunda etapa “Colorimétrica”, os cremes (previamente pesados na Empresa) foram preparados na FCT utilizando uma batedeira portátil de 5 velocidades (KUNFT®KHM3273) e submetidos a uma avaliação de cor com um colorímetro (KONICA MINOLTA® Chroma Meter CR-410). Este aparelho deteta a cor perceptível pelo olho humano, reportando-o em parâmetros quantitativos do sistema de escala de Hunter (L^* , a^* , b^*). Neste sistema são detetadas: luminosidade (L^*) entre 0 e 100, a variação de gama de cores entre verde e vermelho (a^*) de -128 até +128; e a gama entre azul e amarelo (b^*) de -128 até +128. A ficha de análise colorimétrica utilizada está apresentada no **Anexo V**. O aparelho foi primeiro calibrado com uma peça referência de porcelana branca e colocou-se o creme num recipiente de vidro próprio contra uma folha branca de fundo como ilustrado na **Figura 4.5**. Realizaram-se três medições em cada amostra. De cada medição obtiveram-se três valores: L^* , a^* e b^* . Nesta etapa o creme proposto foi comparado com o creme original e o creme apenas sem E171 (Mohammadi *et al.*, 2008).

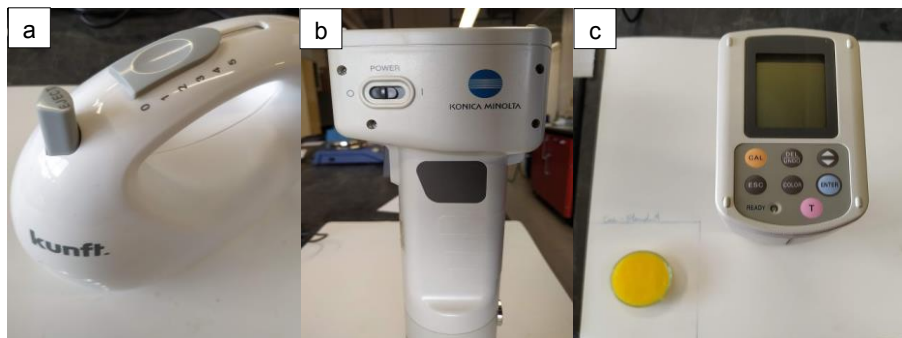


Figura 4.5: Instrumentos (a) batedeira portátil; (b) e (c) Colorímetro.

A partir dos valores $L^*a^*b^*$ são obtidos os valores de diferença total de cor (ΔE), o ângulo de Hue (h°) e as coordenadas Chroma (C^*) através das equações abaixo indicadas. Utilizando os valores de ΔE , h° e C^* realizou-se a comparação entre os cremes avaliando se existiam diferenças estatísticas significativas utilizando o método de análise de variância ANOVA de fator único no Microsoft® Excel (Mohammadi *et al.*, 2008).

$$\Delta E = \sqrt{(L_0 - L)^2 + (a_0 - a)^2 + (b_0 - b)^2}$$

$$h^\circ = \arctan\left(\frac{b^*}{a^*}\right) \quad (se \ a^* > 0) \quad ou$$

$$h^\circ = \arctan\left(\frac{b^*}{a^*}\right) + 180 \quad (se \ a^* < 0)$$

$$C^* = (a^{*2} + b^{*2})^{1/2}$$

A análise ANOVA é utilizada para comparar estatisticamente a média entre duas ou mais populações. Esta análise assume a normalidade da distribuição dos valores usados para calcular

as médias, a homogeneidade da variância e a independência entre as observações (Hoekstra *et al.*, 2012).

Na terceira etapa “Estabilidade”, o creme foi submetido a três testes: estabilidade ao calor, a 180°C durante 15 minutos (*MONDIAL FORNI® Domino Logic*); teste de batedeira, onde se deixou o creme a misturar durante 20 minutos tendo-se verificado a sua qualidade em seis tempos; por fim, teste de sinérese onde o creme é colocado numa taça de plástico durante 24 horas a temperatura ambiente e tapado com película aderente. Ao fim das 24 horas verifica-se se houve separação de água do creme. Os três testes estão ilustrados na **Figura 4.6**.



Figura 4.6: Testes de estabilidade (a) ao calor; (b) na batedeira; e (c) de sinérese.

Na quarta etapa “Aplicação”, os cremes foram usados para rechear massa folhada napolitana (**Figura 4.7**) tendo ido ao forno a 220°C durante 12 minutos (*MONDIAL FORNI® Domino Logic*). Neste teste é avaliada a aparência do creme e em especial se não sai de dentro da massa folhada. Esta é uma característica que é apreciada pelos clientes visto usarem muitas vezes os cremes para rechear bolos, folhados, entre outros produtos.

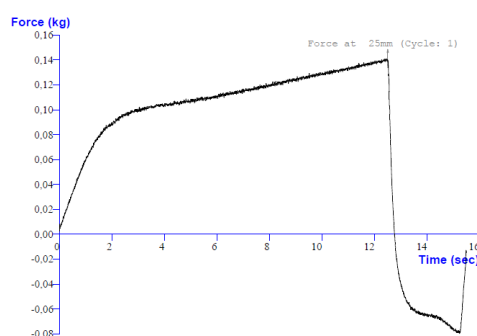


Figura 4.7: Teste de aplicação no Creme 3. P: Referência; T: Teste.

Na quinta etapa “Qualidade”, o creme é submetido a teste de pH e de textura da mesma forma que nos ensaios anteriores. Após a preparação, o creme é colocado numa taça de plástico padrão e a superfície é alisada o máximo possível e sem bolhas. Após 45 minutos de descanso esta é colocada no texturómetro e é aplicada uma força na superfície do creme, fornecendo um gráfico de Força (kg) ao longo do tempo (segundos) como ilustrado na **Figura 4.8**. O valor utilizado como referência foi a “rigidez” expressa pela força máxima (kg) aplicada ao fim do primeiro ciclo de compressão (25 mm). Os parâmetros de análise de textura estão descritos na **Tabela 4.1**. Após esta medição, é feita a análise de pH na mesma taça. Ambos os valores são registados, e o gráfico do texturómetro é recolhido em formato digital (Burey *et al.*, 2009).

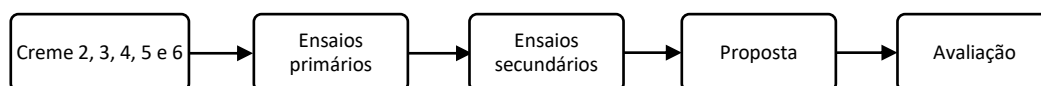
Tabela 4.1: Parâmetros de análise de textura.

Test Mode	Compression	Distance	25,0 mm
Pre-Test Speed	1,0 mm/sec	Strain	10,0 %
Test Speed	2,0 mm/sec	Trigger Type	Auto (Force)
Post-Test Speed	10,0 mm/sec	Trigger Force	5,0 g
Target Mode	Distance	Probe	P/25; 25 mm DIA CYLINDER ALUMINIUM
Force	100,0 g	Points per second	200

**Figura 4.8:** Ensaio de avaliação de textura obtido por Texturómetro.

4.2. Aplicação às restantes receitas

Depois de avaliar a estratégia escolhida no Creme 1, a mesma foi aplicada aos restantes cinco cremes. Tendo sido usado o mesmo procedimento que no Creme 1 como ilustrado na **Figura 4.9**. A avaliação também seguiu o mesmo procedimento detalhado no ponto anterior.

**Figura 4.9:** Esquema de aplicação às restante receitas.

4.3. Estudo de tamanho de partículas do E171.

A técnica de *Dynamic light scattering* (DLS) é muito usada para determinar o tamanho de partículas. Esta utiliza o fenómeno de dispersão de luz para medir o movimento de difusão das mesmas. Esta informação é então derivada a uma distribuição de tamanho de partícula de uma dada amostra. A dimensão é obtida pelo diâmetro hidrodinâmico (D_H) (Brar & Verma, 2011).

O fundamento teórico desta correlação é o princípio da dispersão da luz em partículas com movimento Browniano. De acordo com a teoria de movimento Browniano de *Stokes-Einstein*, o movimento de difusão da partícula (D) é determinado pela viscosidade do fluido onde está suspensa (η), a temperatura (T), carga elétrica (q), mobilidade elétrica (μ_q), raio da partícula (r) e a constante de Boltzmann (k_B), como demonstrado pelas seguintes equações (Einstein, 1956):

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\eta r}$$

$$D = \frac{\mu_q k_B T}{q}$$

O movimento constante da partícula num fluido de temperatura e viscosidade conhecida permite então determinar a dimensão dessa partícula. A técnica de DLS permite obter uma distribuição de mudanças de frequência ótica, originadas pelo movimento de difusão das partículas em suspensão. A análise das flutuações de intensidade permitem determinar a velocidade do movimento Browniano e usando, as equações de *Stokes-Einstein*, chegar ao tamanho das partículas. Com estes dados é então traçado um gráfico de intensidades em função do diâmetro hidrodinâmico como ilustrado no exemplo da **Figura 4.10** (Brar & Verma, 2011).

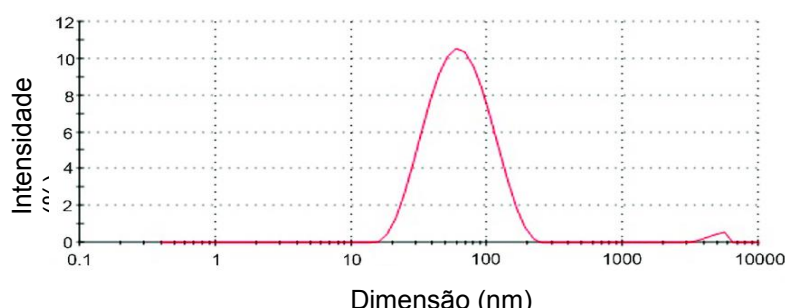


Figura 4.10: Gráfico de distribuição de tamanho de partícula (adaptado de Brar & Verma (2011)).

De forma a analisar a possível presença de nanopartículas no E171, foi recolhida uma amostra para analisar por *Dynamic light scattering* (DLS) na Faculdade de Medicina com o equipamento *MALVERN® Zetasizer Nano ZS* (Malvern, UK), laser He-Ne (632.8 nm), *backscattering detection*: 173°. Preparou-se uma solução de E171 a 1 mM em H₂O ultrapura + 10% DMSO. Sendo que o dióxido de titânio é insolúvel forma-se um depósito. Para cada amostra foram feitas 10 medidas (cada uma sendo a média de 10 *runs* de 10 segundos cada) a 25°C e determinou-se o diâmetro hidrodinâmico nos seguintes momentos:

- Na suspensão imediatamente depois de homogeneizar;
- Na suspensão depois de algum tempo a depositar;
- A mesma suspensão que no ponto anterior de forma a verificar se o E171 continuava a depositar e o tamanho das partículas em suspensão diminuía (por exemplo por haver agregados em suspensão);
- Na suspensão inicial depois de mais de 24 h a depositar.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este capítulo é destinado a apresentar os resultados do trabalho, a sua análise e discussão. Este capítulo está dividido em duas partes: No subcapítulo 5.1. “Substituição de Dióxido de Titânio” é apresentado o processo de escolha de estratégia de substituição de E171 no Creme 1, seguida da aplicação da mesma às restantes cinco receitas, e a avaliação final dos seis cremes propostos. Adicionalmente os resultados do estudo de tamanho de partículas de E171 foram também apresentados e discutidos. No segundo subcapítulo 5.2. “Investigação do portefólio de matérias-primas da Empresa X” são identificadas as matérias-primas propostas a futura substituição ou eliminação, justificando a escolha e propondo alternativas.

5.1. Substituição de Dióxido de Titânio

5.1.1. Escolha da estratégia de substituição

Creme 1

O Creme 1 é confeccionado a partir de um preparado em pó, que é misturado com uma quantidade definida de açúcar e água até obter uma textura fina e homogénea. Este pré-preparado tem na sua composição: amidos modificados (A1, A2), dextrose, mistura láctea (ML1), espessante (E1), estabilizantes, conservantes, corantes (E171, C1), sal e açúcar.

Ao retirar 100% de E171 da receita, amostra “Sem”, observou-se um escurecimento evidente e diminuição da opacidade do creme final, como ilustrado na **Figura 5.1**.

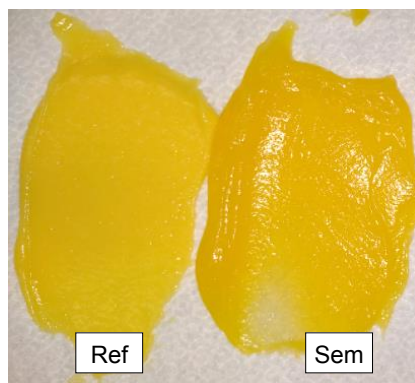


Figura 5.1: Aspeto do Creme 1: “Ref”, referência (receita original com E171); “Sem”, controlo (amostra sem E171).

Na Tabela 5.1, são representados os resultados dos “Ensaio Preliminares” no Creme 1. Cada coluna representa a matéria-prima (MP) em estudo, e nas linhas são avaliados alguns parâmetros organoléticos, de qualidade, entre outros, sempre comparativamente à “Ref”, referência (receita original com E171). Em primeira instância tentou-se ajustar a quantidade de ML1 já presente na fórmula. No entanto não mostrou diferença significativa comparada com o controlo (Amostra sem E171). Este resultado pode ser justificado pela percentagem baixa de proteína de leite e presença de óleo de palma. Segundo a literatura a opacidade e cor branca do leite devem-se essencialmente à presença de gordura e proteínas do leite na forma de emulsão ou suspensão que formam uma solução coloidal. Nesta solução os glóbulos de gordura, especificamente micelas de caseína, dispersam todas as frequências de luz no espectro visível à sua superfície. Esta dispersão da luz em todas as direções, resulta na cor branca. Sendo assim a ML1 não apresenta propriedades de dispersão de luz suficientemente fortes para substituir o E171 (Gratton *et al.*, 2009; Rehan *et al.*, 2019).

Tabela 5.1: Tabela de resumo de resultados em “ensaio preliminares” no Creme 1.

Ensaio Preliminares															
		Sem		ML				C					H	ME	
Creme 1	MPs	ML1	ML2	ML3	ML4	ML5	ML6	C1	C2	C3	C4	C5	H1	ME1	ME2
	Número de ensaios	1	2	10	7	4	1	2	1	3	2	1	6	3	3
	Cor	≠	≠	=	=	=	=	≈	≠	≈	≈	≠	≈	≈	=
	Transparência	≠	≠	≈	=	=	=	≈	≠	≠	≠	≠	≠	≈	=
	Sabor	=	=	≈	≠	≈	≠	≈	=	=	=	=	=	=	=
	Cor depois do Forno	≠	≠	≈	≠	≈	≈	≠	≠	≠	≠	≠	≠	≠	≈
	pH	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=
	Textura	=	=	=	≈	≈	≈	≈	=	=	=	=	=	≈	≈
	Custo	<	>	>	>	>	>	>	>	>	>	>	n.a.	<	<
	Resultado		x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x	✓

≈: semelhante à referência; ≠: diferente da referência; ≈: ligeiramente diferente da referência;

n.a.: Não aplicável; x: estratégia não viável; ✓: estratégia viável; “Sem”: amostra controlo sem E171; “ML”: misturas lácteas; “C”: corantes; “H”: hidrocolóides; “ME”: misturas emulsionantes.

Seguidamente foram testadas outras misturas lácteas (ML2, ML3, ML4, ML5 e ML6). A ML6 teve o pior resultado entre estas, que pode ser explicado pela presença de proteína de soro em vez da proteína caseína, a responsável pela opacidade do leite. Também se verificou que ML4 e ML5 conferiram maior opacidade e cor branca ao creme como ilustrado na **Figura 5.2**. Em ambas a percentagem de caseína era a mais elevada e ambas possuíam gordura de leite, enquanto as restantes são constituídas por óleo de palma ou óleo de coco. Este resultado está de acordo com o esperado tendo em conta a origem das propriedades visuais do leite referidas no parágrafo anterior. É importante referir, que apesar de ML3 conter gordura apenas de origem do coco, esta tinha uma quantidade de proteína de leite superior a ML1 e ML2, e de facto resultou numa maior opacidade. Isto mostra a importância das proteínas do leite na sua cor branca e opacidade estando de acordo com a literatura (Cheng *et al.*, 2019).

No entanto, a quantidade necessária até atingir uma opacidade semelhante à referência foi 25 vezes superior à quantidade de E171, no caso da ML5. Isto implicaria reajustes na fórmula muito significativos devido às diferenças em sabores e texturas comparativas à referência. O custo adicional no caso de uma substituição com misturas lácteas, em especial ML4 e ML5 torna a estratégia desvantajosa financeiramente para a empresa. Paralelamente a empresa decidiu não utilizar mais a ML4 por razões não relacionadas com este trabalho.

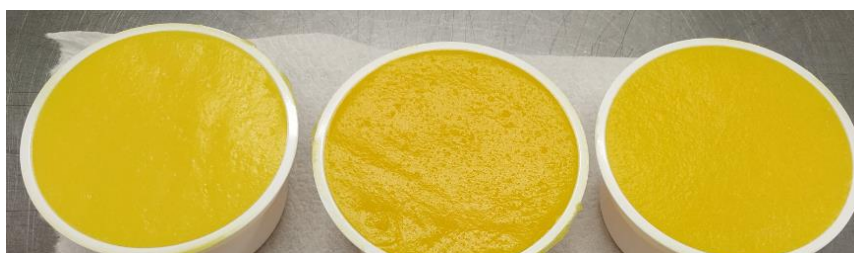


Figura 5.2: Ensaio com misturas lácteas (ML). Referência (receita original com E171); amostra ML2 e amostra ML5 (da esquerda para a direita).

De seguida foram feitos ensaios com os corantes naturais amarelados C1-C4. Apesar de C2, C3 e C4 diluídos em água serem mais opacos que C1 (**Figura 5.3- a**), isto não se refletiu nos cremes obtidos no ensaio, continuando mais transparentes que a referência. Dos corantes testados, C4 foi o que teve pior resultado, pois além de não fornecer opacidade também resultou numa cor bastante diferente da referência, como observado na **Figura 5.3**. É necessário referir que o Creme 1 sem qualquer corante (E171 entre outros) na fórmula apresenta uma cor acinzentada e quase transparente. Estes resultados mostram que os corantes C1-C4 não têm impacto significativo na opacidade do produto final. Quanto menos quantidade de corante se utilizou notou-se aproximação para um tom de amarelo acinzentado, à medida que se aumentou a

percentagem de corante a cor vai se aproximando de laranja sem nunca atingir a cor da referência.



Figura 5.3: Ensaio com corantes (C): (a) amostras C4, C1 e C2 (esquerda para direita); (b) Referência (receita original com E171), amostra C4, amostra C1 e amostra C2 (esquerda para direita).

O corante C5, foi proposto por uma empresa do sector dos ingredientes alimentares, baseado em amidos (maltodextrina entre outros) e minerais (carbonato de cálcio entre outros). Nos ensaios apenas se começaram a observar pequenas mudanças na opacidade após cinco vezes mais quantidade do que a quantidade original de E171. Um resultado ligeiramente menos eficaz que as misturas lácteas, mas que contribuiu para aumentar a opacidade do creme ao contrário dos restantes corantes testados como ilustrado na **Figura 5.4**. Em (a) mostra o resultado de uma substituição de 1:1 em relação a E171 e em (b) uma substituição de 1:5.

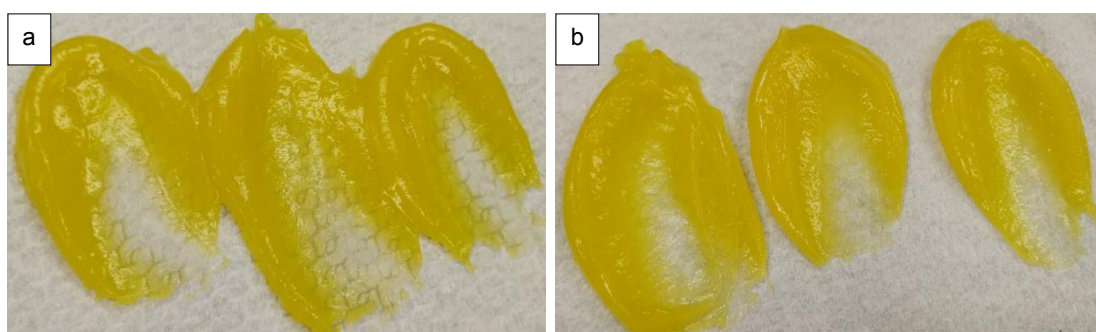


Figura 5.4: Ensaio no corante C5. (a) substituição 1:1 (b) 1:5.

A última família de MP utilizada para tentar substituir o E171 foi a dos emulsionantes, em particular mono e diglicéridos de ácidos gordos, bastante utilizados na indústria alimentar. Estas moléculas são surfactantes não iónicos constituídos por glicerol esterificado a um ou a dois

ácidos gordos. Estas moléculas anfipáticas reduzem a tensão superficial das partículas em suspensão na emulsão após a homogeneização, estabilizando e permitindo que as gotículas de gordura ou bolhas de ar permaneçam separadas e dispersem a luz. Uma vez que a luz não é capaz de penetrar na emulsão, esta torna-se opticamente opaca (Liu *et al.*, 2020; Rodríguez-García *et al.*, 2014; Zhang *et al.*, 2018).

Foram testadas duas misturas emulsionantes: ME1 e ME2. O ME1 continha 35,5% de óleo de palma, 19,0% de emulsionante e 2,8% de caseína. Enquanto o ME2 tinha 33,0% de emulsionante, 31,0% de maltodextrina e 31,0% de leite magro em pó. Apesar de ambas terem resultados muito semelhantes entre si no produto acabado, a utilização de ME1 teve um desempenho pior no teste de forno. Após o aquecimento do creme com ME1, observou-se perda da opacidade que resultou numa cor mais escura comparativamente ao ME2 como ilustrado na **Figura 5.5**. Por esta razão a utilização de ME1 como estratégia foi rejeitada.

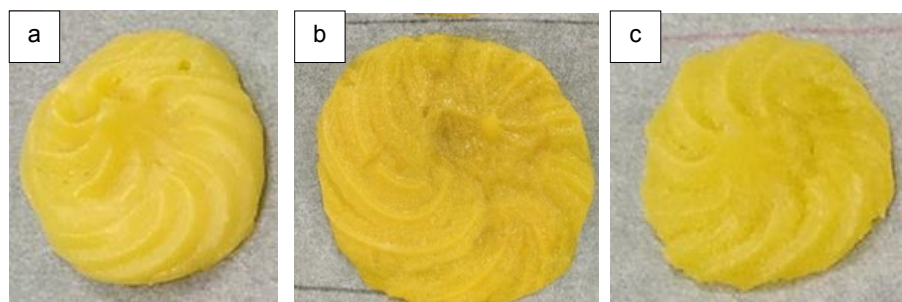


Figura 5.5: Teste no forno em ensaios preliminares com emulsionantes (ME): (a) amostra de Referência; (b) amostra ME1; (c) amostra ME2.

A estabilidade da emulsão foi afetada pelo calor mais facilmente em ME1 do que em ME2. Apesar de ME1 ter na sua composição uma quantidade de caseína aproximadamente três vezes superior comparado a ME2, o primeiro apresentou uma resistência ao calor inferior ao segundo. Isto indica que outros fatores além da caseína podem estar a influenciar a resistência ao calor. A presença de 31% de maltodextrina em ME2 pode ter sido a razão da maior estabilidade de emulsão, visto que de acordo com a literatura alguns tipos de maltodextrinas aumentam a resistência ao calor das emulsões. E além disto, o corante C5 proposto como alternativa a E171 também tinha na sua constituição maltodextrinas, o que poderá indicar a importância desta molécula nestes produtos (Fox *et al.*, 2015; Pycia *et al.*, 2018).

Uma outra possível explicação para este resultado é a percentagem elevada de óleo de palma presente em ME1, enquanto ME2 é principalmente composto por hidratos de carbono. O óleo de palma neste caso pode ter comprometido a estabilidade da emulsão. O que também está de acordo com os ensaios preliminares em misturas lácteas com óleo de palma, nomeadamente ML1 e ML2, que mostraram menor opacidade.

Resumindo, a utilização de ME2 como estratégia de substituição de E171 teve cinco vantagens: com uma proporção de 1:5 na receita de pré-preparado foi possível atingir um nível de opacidade correspondente à utilização de 100% de E171. Este reajuste na fórmula é mais fácil do que com as outras matérias-primas testadas visto necessitarem de uma proporção no mínimo 10 vezes superior e com alterações de sabor e textura consideráveis. Não tem impacto no sabor nem no aroma do produto final, enquanto as ML alteram significativamente o sabor do produto final. Esta estratégia resulta numa menor quantidade de alterações na declaração nutricional (hidratos de carbono, proteína, gordura, entre outros) no rótulo do produto, comparativamente às restantes. Por fim, tem também um custo inferior às ML e aos corantes. No entanto foram observadas duas desvantagens em ME2: A utilização do efeito emulsionante de forma a obter maior opacidade, resultou em algumas diferenças de textura que podem ser detetadas pelo cliente ou pelo consumidor. Por esta razão a quantidade utilizada tem de ser ajustada em cada creme de forma a afetar o mínimo possível a textura do produto final. E por fim, com esta estratégia não foi possível seguir uma das tendências de mercado: o *clean label*, porque os emulsionantes são aditivos.

Tendo em conta estas observações, a utilização de ME2 foi selecionada como a estratégia de substituição do E171. No passo seguinte realizaram-se os ajustes necessários no Creme 1: ensaios primários (ajuste de ME2) e por fim os ensaios secundários (ajuste do resto da fórmula). O resumo destes ensaios está apresentado na **Tabela 5.2**. No Creme 1, os ensaios primários mostraram que foi necessário utilizar mais 500% de ME2 (percentagem relativa a E171 na referência) de forma a que a opacidade do creme fosse semelhante à referência. Traduzindo-se numa substituição de 1:5 relativamente a E171.

Tabela 5.2: Resumo dos ensaios primários e secundários no Creme 1.

		Ensaio Primários		Ensaio Secundários			
		Mistura Emulsionante	Misturas lácteas		Amidos		Corantes
Creme 1	MPs	ME2	ML1	ML2	A1	A2	C1
	# de ensaios	6	7	3	8	5	19

Nos ensaios secundários o principal desafio foi acertar a diferença final da fórmula mantendo as características organoléticas do Creme 1 semelhantes à receita original com E171. Principalmente no que diz respeito à textura mais espessa e ao tom de cor ligeiramente mais alaranjado. Para isto substituiu-se o amido A1 por A2, visto A2 ter uma viscosidade menor que ajudou a que a textura do creme fosse mais suave contrariando o efeito do emulsionante. A ML1 foi diminuída 39,73% dada a sua contribuição aparentemente reduzida na opacidade do produto reduzindo um pouco o custo financeiro. No entanto não foi eliminada na totalidade de forma a não criar mudanças significativas na composição nutricional no produto final. Neste creme em particular foi também necessário reduzir o corante C1, acertando assim a cor do produto final. Devido às quantidades pesadas manualmente de corante serem muito pequenas, tornou-se

bastante difícil encontrar a quantidade certa e por isso foram necessários mais ensaios. Durante os ensaios secundários foi detetada uma diferença de cor no lote de ML2 comparativamente com um lote mais recente, então foi testada novamente com o lote novo, mas as diferenças nas características organoléticas (opacidade) do creme foram igualmente pequenas. Por esta razão não se justificou a adição de ML2 com custo financeiro superior no produto final. Tendo-se chegado à mesma conclusão tirada durante os ensaios preliminares com um lote diferente de ME2. E por fim a Dextrose foi ajustada, pois a redução de açúcares, na sua forma mais simples (glucose), é desejável para o consumidor. Este ajuste final no sentido de reduzir a dextrose foi aplicada sempre que possível nos cremes testados neste trabalho. A **Tabela 5.3** mostra as alterações finais feitas ao Creme 1.

Tabela 5.3: Alterações finais no Creme 1.

	E171	ME2	ML1	Dextrose	A1	A2	C1
Creme 1	- 100%	+ 500%*	- 39,73%	- 4,57%	- 100%	+ 128%	- 33,48%

ME2: Mistura emulsionante 2; ML1: Mistura láctea 1; A1 e A2: Amidos modificados 1 e 2; C1: Corante 1.

A **Figura 5.6** ilustra em (a) a referência do Creme 1 ao lado do controlo sem E171, e em (b) a mesma referência ao lado do produto proposto com ME2 como substituto a E171.

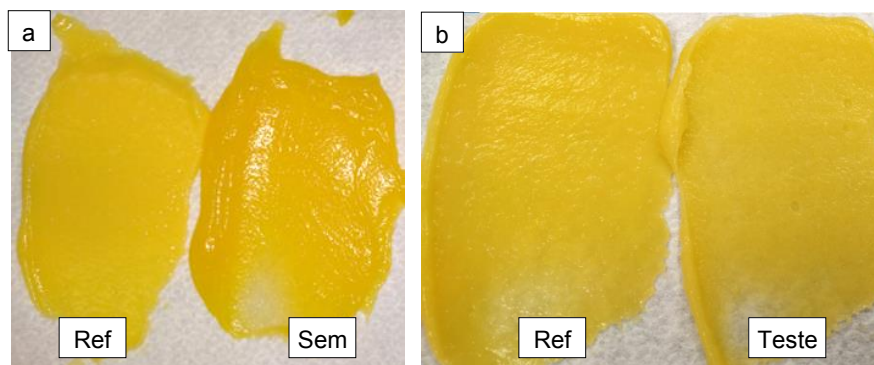


Figura 5.6: Ensaios no Creme 1 após alterações finais: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, referência (receita original com E171); “Sem”, controlo (amostra sem E171); “Teste”, creme 1.

5.1.2. Aplicação às restantes receitas

Antes de aplicar a estratégia de substituição aos restantes cremes, foi feita uma seleção dos cremes a testar. Os cremes foram escolhidos tendo em conta a presença de E171 e o volume de vendas. Após conhecer as receitas e compará-las fizeram-se as seguintes observações: todos os cremes avaliados utilizam açúcar, amidos modificados, espessantes, conservantes,

aromatizantes e corantes como base. O Creme 1 e Creme 6 são muito semelhantes e utilizam as mesmas ML. O Creme 3 é parecido com os anteriores, mas contém mais produtos de leite. Os Cremes 2 e 4 não contém qualquer ML e a sua receita de aplicação é distinta de todos os outros. Por fim o Creme 5, que é bastante diferente dos restantes em termos de receita e aparência. Estas diferenças foram tidas em conta durante os ensaios primários e secundários e serão detalhadas seguidamente caso a caso.

Existem alguns fatores que podem afetar o produto final no que diz respeito às MP e aos processos durante o desenvolvimento das fórmulas. O principal é a pesagem manual de todos os ingredientes que tem associada a si um erro, e que não pode ser diretamente comparada a pré-preparados pesados na fábrica. Deste forma, nunca se fez comparação entre produtos pesados de formas diferentes. Algumas MP têm um certo nível de variabilidade entre lotes, e por essa razão só foram comparados cremes cujos pré-preparados tenham sido pesados e misturados no mesmo ensaio e, portanto, com os mesmos lotes de matérias-primas. Sempre que possível, em particular nos ensaios finais, foram utilizados os mesmos utensílios (cubas, batedeiras e varas), de forma a reduzir ao máximo a variação não intencional entre os testes e os ensaios. Uma quantidade muito pequena de corante como 0,01 g origina variações visíveis no produto final. Desta forma, a sua pesagem foi sempre efetuada numa balança analítica. No entanto, observaram-se em várias ocasiões partículas de corante presas nos utensílios utilizados que acabavam por não contribuir para do produto final. Este fator dificulta os acertos dos corantes nas fórmulas, principalmente em quantidades pequenas de pré-preparado por teste (100 g) definida como a quantidade padrão nos ensaios desenvolvidos na Empresa X.

No **Anexo VI** está representado um resumo dos ensaios em todos os cremes. De seguida são descritas as características específicas e os resultados dos ensaios primários e secundários nos Cremes 2, 3, 4, 5 e 6.

Creme 2

O Creme 2 é confeccionado a partir de um preparado em pó, que é misturado com uma quantidade definida de água até obter uma textura fina e homogénea. Este pré-preparado tem na sua composição: açúcar, dextrose, amidos modificados (A1, A2), espessantes (E2), estabilizantes, conservantes, corantes (E171, C1, C2), sal e aromatizante. Este creme além de não ter nenhuma ML, também utiliza um espessante E2 diferente que o creme 1. No entanto E1 e E2 podem ser considerados equivalentes quanto ao seu efeito. A utilização de açúcar em pó em vez de açúcar granulado resultou num creme com uma textura muito mais fina, brilhante e suave comparativamente ao Creme 1.

Ao retirar 100% E171 desta receita observou-se um escurecimento evidente e diminuição da opacidade do creme final, como ilustrado em (a) na **Figura 5.7**. Esta diferença foi a mais perceptível dos seis cremes. No Creme 2, os ensaios primários mostraram que foi necessário utilizar 230% de ME2 de forma a que a opacidade do creme fosse semelhante à referência. Traduzindo-se numa substituição de 1:2,3 relativamente a E171. Apesar de ter sido necessário uma menor quantidade de ME2, a utilização de açúcar em pó neste creme tornou o impacto na textura mais pronunciado do que no primeiro creme. Também se observou uma pequena redução do brilho do creme. E por fim a Dextrose foi ajustada. Os resultados são ilustrados em (b) na **Figura 5.7**. As alterações nas receitas em todos os cremes estão enumeradas na **Tabela 5.4**.

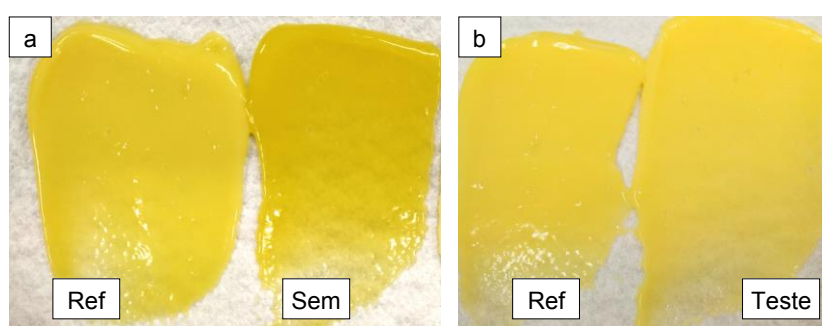


Figura 5.7: Ensaios no Creme 2: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 2.

Creme 3

O Creme 3 é confeccionado a partir de um preparado em pó, que é misturado com uma quantidade definida de açúcar e água até obter uma textura fina e homogênea. Este pré-preparado tem na sua composição: amidos modificados (A1, A2), misturas lácteas (ML1, ML6), espessantes (E2), estabilizantes, conservantes, corantes (E171, C1, C2), sal.

Ao retirar 100% de E171 desta receita observou-se um escurecimento e diminuição ligeira da opacidade do creme final, como ilustrado em (a) na **Figura 5.8**. No Creme 3, os ensaios primários mostraram que foi necessário utilizar 360% de ME2 de forma a que a opacidade do creme fosse semelhante à referência, como ilustrado em (b) na **Figura 5.8**. Traduzindo-se numa substituição de 1:3,6 relativamente a E171. A utilização de uma quantidade inferior de ME2 neste creme comparativamente com o Creme 1 é explicada pela presença de ML6 na receita original. ML6 tem uma componente forte de sólidos de leite que justifica a utilização diminuída de ME2 neste creme. O ajuste na receita foi feito através da diminuição em 1,89% do amido A2 (amido de menor viscosidade) de forma a ter o menor impacto possível no produto final, visto a receita não conter dextrose não foi possível ajustar da mesma forma que os outros cremes. As alterações nas receitas em todos os cremes estão enumeradas na **Tabela 5.4**.

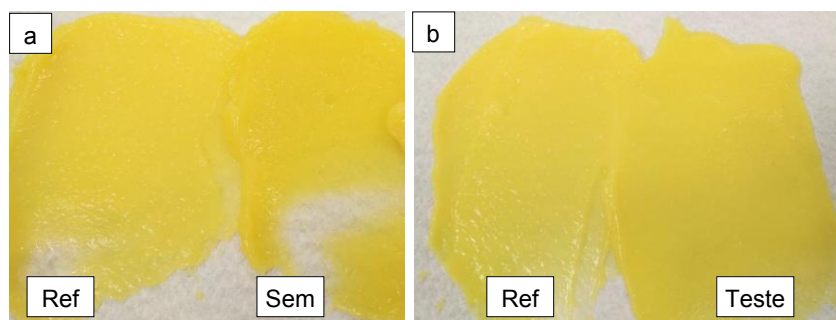


Figura 5.8: Ensaios no Creme 3: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 3.

Creme 4

O Creme 4 é confeccionado a partir de um preparado em pó, que é misturado com uma quantidade definida de água até obter uma textura fina e homogênea. Este pré-preparado tem na sua composição: açúcar, dextrose, amidos modificados (A1, A2), espessantes (E2), estabilizantes, conservantes, corantes (E171, C1, C2), sal e aromatizante. Além do Creme 4 não conter nenhuma ML, também utiliza um espessante E2 diferente que o Creme 1. Como E1 e E2 foram considerados equivalentes quanto ao seu efeito, uma possível explicação para a textura mais fina dos Cremes 2 e 4 pode ser a utilização de açúcar em pó em vez de açúcar granulado. No entanto seriam necessários mais testes para confirmar.

Ao retirar 100% de E171 desta receita observou-se um escurecimento evidente e diminuição da opacidade do creme final, como ilustrado na **Figura 5.9**, da mesma forma que no Creme 2. Este escurecimento mais visível do que nos Cremes 1, 3, 5 e 6 deve-se à inexistência de ML na receita original dos Creme 2 e 4. Nos restantes cremes, mesmo após remover a totalidade de E171 no controlo, as ML existentes mantinham um certo nível de opacidade no creme de controlo resultando numa diferença não tão forte.

No Creme 4, os ensaios primários mostraram que foi necessário utilizar 269% de ME2 de forma a que a opacidade do creme fosse semelhante à referência. Traduzindo-se numa substituição de 1:2,7 relativamente a E171. Apesar de ter sido necessário uma menor quantidade de ME2, a utilização de açúcar em pó neste creme tornou o impacto na textura mais pronunciado do que no primeiro creme. Também se observou uma pequena redução do brilho do creme. Estas diferenças são ilustradas na **Figura 5.9**. E por fim a Dextrose foi ajustada. As alterações nas receitas em todos os cremes estão enumeradas na **Tabela 5.4**.

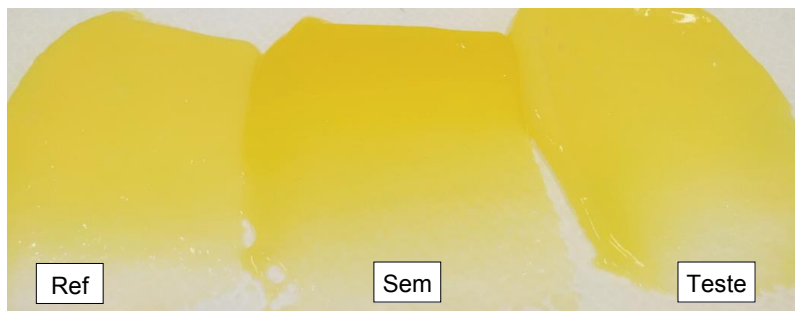


Figura 5.9: Ensaio no Creme 4: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 4.

Creme 5

O Creme 5 é confeccionado a partir de um preparado em pó, que é misturado com uma quantidade definida de água até obter uma textura fina e homogênea. Este pré-preparado tem na sua composição: açúcar, dextrose, amidos modificados (A1, A2), misturas lácteas (ML4), espessantes (E4), estabilizantes, corantes (E171, C3), sal e aromatizante. Este creme é talvez dos seis cremes testados o mais diferente em relação à receita e ao aspeto. Começa por ter uma mistura láctea ML4 rica em gordura animal numa percentagem muito elevada na receita. Esta, em conjunto com o E171, são responsáveis pela elevada opacidade e cor mais branca.

Ao retirar 100% de E171 desta receita observou-se um escurecimento muito ligeiro do creme final, como ilustrado na **Figura 5.10**. No Creme 5, os ensaios primários mostraram que foi necessário utilizar 260% de ME2 de forma a que a opacidade do creme fosse semelhante à referência. Traduzindo-se numa substituição de 1:2,6 relativamente a E171. Este foi o creme onde a substituição de E171 foi mais fácil de ajustar e onde não foram detetadas diferenças com o padrão. E por fim a Dextrose foi ajustada. As alterações nas receitas em todos os cremes estão enumeradas na Tabela 5.4.

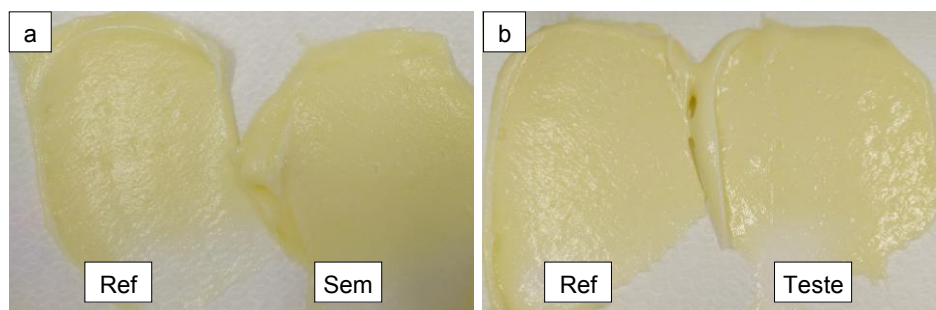


Figura 5.10: Ensaio no Creme 5: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 5.

Creme 6

O Creme 6 é confeccionado a partir de um preparado em pó, que é misturado com uma quantidade definida de açúcar e água até obter uma textura fina e homogênea. Este pré-preparado tem na sua composição: amidos modificados (A1, A2), dextrose, misturas lácteas (ML1), espessantes (E1), estabilizadores, conservantes, corantes (E171, C1, C2), sal e açúcar.

Esta receita é aquela que é mais semelhante à do Creme 1. Tendo apenas diferenças a nível dos corantes C1 e C2. Ao retirar 100% de E171 desta receita observou-se um escurecimento evidente e diminuição da opacidade do creme final, como ilustrado na **Figura 5.11**. No Creme 6, os ensaios primários mostraram que foi necessário utilizar 500% de ME2 de forma a que a opacidade do creme fosse semelhante à referência. Traduzindo-se numa substituição de 1:5 relativamente a E171. Também se substituiu o amido A1 por A2, ajudando a que a textura do creme fosse mais suave contrariando o efeito do emulsionante. Estas alterações foram equivalentes às executadas no Creme 1. Não se fez alterações no ML1. E por fim a Dextrose e os corantes foram reduzidos. As alterações nas receitas em todos os cremes estão enumeradas na **Tabela 5.4**.

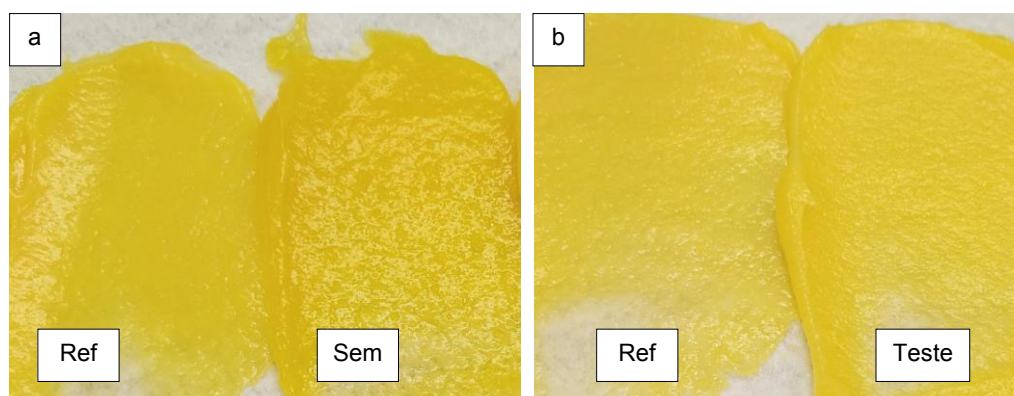


Figura 5.11: Ensaios no Creme 6: (a) “Ref” vs “Sem”; (b) “Ref” vs “Teste”. “Ref”, receita original com E171; “Sem”, receita original sem E171; “Teste”, creme 6.

Tabela 5.4: Alterações finais em todos os cremes.

	E171	ME2	ML1	Dextrose	A1	A2	C1
Creme 1	- 100%	+ 500%*	- 39,73%	- 4,57%	- 100%	+ 128%	- 33,48%
Creme 2	- 100%	+ 230%*	n.a.	- 0,68%	=	=	=
Creme 3	- 100%	+ 360%*	=	n.a.	=	- 1,89%	=
Creme 4	- 100%	+ 269%*	n.a.	- 0,89%	=	=	=
Creme 5	- 100%	+ 260%*	n.a.	- 0,27%	=	=	n.a.
Creme 6	- 100%	+ 500%*	=	- 8,36%	- 100%	+ 122%	- 7,73%

* % relativa a E171 na receita de referência

ME2: Mistura emulsionante 2; ML1: Mistura láctea 1; A1 e A2: Amidos modificados 1 e 2; C1: Corante 1.

Após terminado o processo de substituição de E171 e os acertos nos ensaios primários e secundários, cada creme foi submetido a uma avaliação final. Como referido na metodologia, esta avaliação consistiu em seis etapas: avaliação de características organoléticas; avaliação colorimétrica; avaliação de estabilidade; avaliação de aplicação; avaliação de qualidade; e por fim avaliação de custo. De seguida serão apresentados e discutidos os principais resultados em cada uma das avaliações.

5.1.3. Avaliação de Características Organoléticas

Equipa de I&D

A avaliação de características organoléticas foi feita em duas partes. A primeira parte com a equipa de I&D, e a segunda com um painel de 5 provadores. Esta avaliação teve em conta fatores como: variabilidade das pesagens manuais, variabilidade associada às MP utilizadas e diferentes tipos de aplicações dos cremes. Para cada creme foram preparados: creme de referência “Ref”; creme sem E171 “Sem” e creme proposto “Teste”, seguindo a mesma metodologia usada para os ensaios.

A partir da avaliação de características organoléticas com a equipa de I&D em cada um dos cremes resultou a **Tabela 5.5** na página seguinte, onde cada creme proposto foi comparado com a referência em relação à cor, transparência, textura, sabor e aroma. Esta equipa é composta por 3 técnicos de desenvolvimento, todos com mais de 3 anos de experiência em avaliações organoléticas de produtos de pastelaria. Em alguns cremes também foi possível contar com as avaliações de técnicos de aplicação que estão mais familiarizados com o procedimento de elaboração dos produtos pelo cliente e as suas expectativas em relação aos produtos da Empresa X.

A primeira observação é que em todos os cremes o sabor e o aroma foram considerados iguais (=) à referência, mostrando que a utilização de ME2 nestes produtos não tem qualquer impacto no sabor e no aroma. Além disso, os acertos na quantidade de dextrose foram tão pequenos que era expectável não serem relevantes organoleticamente. Em relação à textura (*mouthfeel*), todos os cremes exceto o Creme 5, foram considerados diferentes da referência. Uma possível explicação é o efeito incorporante de ar de ME2, ser perceptível através do palato. Neste caso as diferenças podem ou não ser detetadas pelo cliente/consumidor dependendo da forma como prepara e aplica o produto e da sua expectativa de qualidade. No Creme 5 a textura

foi considerada igual à referência, o que foi esperado visto ser o creme que mais facilmente foi ajustado nos ensaios.

Em relação à cor e transparência, os Cremes 1, 3 e 5 foram considerados iguais à referência. Enquanto o Creme 2 e 4 foram considerados diferentes da referência, possivelmente justificado pela inexistência de MP lácteas nas suas receitas originais. O Creme 6, apesar de ter uma receita muito parecida com o Creme 1, tinha diferentes percentagens nos seus corantes que representou uma maior dificuldade durante os acertos finais. Isto explica porque a cor não atingiu exatamente o tom da referência apesar da opacidade ser a desejada.

Tabela 5.5: Avaliação de características organoléticas realizada por membros do I&D.

Avaliação de Características Organoléticas I&D					
	Cor	Transparência	Textura	Sabor	Aroma
Creme 1	=	=	≠	=	=
Creme 2	≠	≠	≠	=	=
Creme 3	=	=	≠	=	=
Creme 4	≠	≠	≠	=	=
Creme 5	=	=	=	=	=
Creme 6	≠	=	≠	=	=

= igual; ≠ diferente.

Painel de provadores

A avaliação de características organoléticas com painel “misto” de 5 provadores teve como intuito obter *feedback* de um conjunto de pessoas da Empresa X com e sem experiência em avaliações organoléticas. O carácter “misto” da avaliação em todos os cremes foi garantido através da escolha de um conjunto de cinco elementos em que pelo menos três tivessem experiência passada como provadores. Desta forma os três elementos com experiência representam o “cliente” que trabalha com o produto e que têm mais experiência em destacar aspetos específicos e técnicos, enquanto os 2 elementos restantes do painel podem representar o “consumidor comum” que está mais habituado a experienciar o produto como um todo. A avaliação consistiu num teste analítico de diferença triangular que avaliou a capacidade de detetar qual a amostra entre as três apresentadas era diferente. Para cada creme foram preparados: creme de referência “Ref”; creme sem E171 “Sem” e creme proposto “Teste”, seguindo a mesma metodologia usada para os ensaios. O molde do teste está ilustrado no **Anexo IV**. Os resultados principais são apresentados na **Tabela 5.6**. Na primeira coluna está representado o número de provadores que acertou na amostra que era a diferente. Nas restantes colunas foi feita uma contagem de quantos provadores utilizaram os termos “textura”, “cor”, “transparência” e “doce” para justificar

a sua escolha. Estas foram todas as características organoléticas mencionadas pelo painel. É importante referir que cada creme teve um painel de provadores diferente.

Tabela 5.6: Avaliação de características organoléticas realizada pelo painel de provadores.

Avaliação de Características Organoléticas Painel de 5 Provadores					
	Acertos	"Textura"	"Cor"	"Transparência"	"Doce"
Creme 1	4	2	2	2	
Creme 2	3		2	3	
Creme 3	2	1			1
Creme 4	5	3	5		
Creme 5	3	2		1	1
Creme 6	4	2	1		1

Primeiramente o Creme 4 foi o único em que todos os elementos do painel conseguiram acertar na amostra diferente. E este resultado está de acordo com a avaliação do I&D. Nos restantes cremes pelo menos uma pessoa entre as cinco não conseguiu determinar o produto distinto. A ausência de unanimidade nos restantes cremes demonstra que a escolha não foi imediata, tendo sido necessária uma inspeção mais cuidadosa das amostras além da primeira impressão. Esta avaliação demonstrou que a textura e cor têm um impacto importante na percepção organolética dos cremes, mesmo no "consumidor comum". O Creme 5 é um exemplo em que a avaliação do painel foi mais inesperada, pois seria em princípio o creme mais difícil de distinguir da referência. Mas mesmo assim, três em cinco elementos conseguiram selecionar a amostra corretamente através da textura e da transparência. No geral os elementos com pouco conhecimento mostraram bastante dificuldade em fazer uma escolha final, enquanto os elementos mais experientes escolheram mais rápido e de forma mais assertiva.

No contexto de empresa, estas observações podem indicar que, em geral exceto o Creme 4, estes cremes propostos seriam aceites pelo cliente que solicita um creme sem E171 e já espera um produto com ligeiras diferenças. E que, tendo em conta esta avaliação, é provável que o consumidor comum não note diferenças relevantes. No entanto uma avaliação de características organoléticas com painel de provadores com experiência deveria ter pelo menos 8 elementos, e um provador com elementos iniciados teria no mínimo 80 elementos, de forma a ter relevância estatística. Por esta razão estes resultados podem apenas ser usados como indicativos e não como resultados estatisticamente significativos do ponto de vista académico.

5.1.4. Avaliação colorimétrica

O passo seguinte foi a avaliação colorimétrica, que consistiu na pesagem dos pré-preparados em pó na Empresa X que foram transportados em sacos selados próprios para o efeito.

Para cada creme foram preparados: cremes de referências “**Ref**”; cremes sem E171 “**Sem**” e cremes propostos “**Teste**”. Seguidamente o branco foi lido e obtiveram-se 3 medições de cor do sistema de escala de Hunter (L^* , a^* , b^*) por cada amostra. A partir destes dados foram calculados os parâmetros de diferença total de cor (ΔE), ângulo de Hue (h°) e as coordenadas Chroma (C^*) para todas as amostras em todos os cremes. Depois de calcular estes três parâmetros para todos os cremes, foram obtidas as médias (\bar{X}) com o respetivo desvio padrão (s) para estes e também para os dados de luminosidade (L^*), apresentadas na **Tabela 5.7**.

Tabela 5.7: Médias (\bar{X}) e desvio padrão (s) para os parâmetros calculados e para L^* .

\bar{X}	ΔE		h°			C^*			L^*		
	Sem	Teste	Ref	Sem	Teste	Ref	Sem	Teste	Ref	Sem	Teste
Creme 1	8,36	2,14	80,28	75,29	80,26	32,74	32,65	33,17	77,92	70,07	75,84
Creme 2	19,45	2,81	82,33	78,82	81,32	32,94	27,10	33,42	80,89	62,43	78,28
Creme 3	5,31	1,32	79,24	78,22	78,99	33,94	33,41	34,56	82,70	77,45	81,55
Creme 4	20,52	4,74	82,22	77,31	80,78	33,28	27,37	37,56	81,76	62,28	83,57
Creme 5	3,42	1,89	92,49	92,79	92,23	27,51	27,11	28,65	95,64	92,25	94,13
Creme 6	12,10	2,28	77,25	72,22	75,99	36,01	32,37	36,81	80,52	69,38	78,53
s	ΔE		h°			C^*			L^*		
	Sem	Teste	Ref	Sem	Teste	Ref	Sem	Teste	Ref	Sem	Teste
Creme 1	0,35	0,30	0,07	0,24	0,12	0,14	0,21	0,05	0,33	0,16	0,07
Creme 2	1,15	0,50	0,11	0,07	0,13	0,90	0,03	0,07	0,87	0,03	0,27
Creme 3	0,29	0,25	0,16	0,08	0,06	0,05	0,01	0,02	0,29	0,06	0,03
Creme 4	0,11	0,11	0,04	0,09	0,13	0,03	0,07	0,08	0,09	0,03	0,16
Creme 5	0,03	0,01	0,05	0,04	0,06	0,03	0,03	0,03	0,02	0,04	0,02
Creme 6	0,03	0,03	0,13	0,06	0,03	0,01	0,02	0,001	0,02	0,02	0,02

Utilizando os valores de ΔE , h° , C^* e L^* realizou-se a comparação entre os cremes, avaliando se existiam diferenças estatísticas significativas através do método de análise de variância ANOVA de fator único. O nível de confiança escolhido para estes testes foi de 95% ($\alpha=0,05$).

Na **Figura 5.12** são ilustradas as médias da diferença total de cor (ΔE) para as amostras “Sem” e “Teste” relativamente à referência para cada creme. O ΔE representa a diferença total da cor tendo em conta os valores $L^*a^*b^*$. Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p<0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.

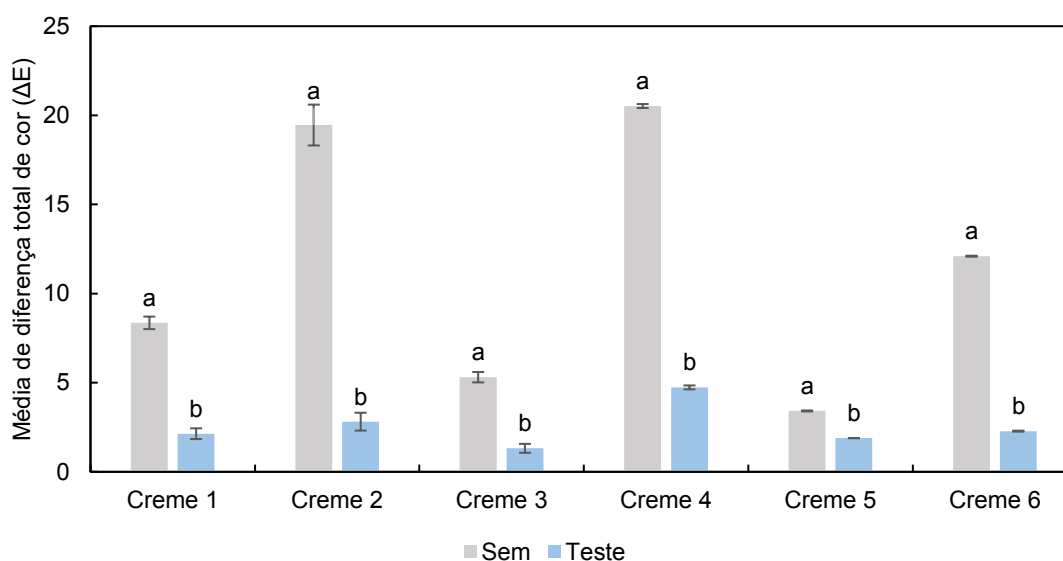


Figura 5.12: Diferença total de cor para as amostras sem E171 (“Sem”) e para as formulações propostas para os vários cremes (“Teste”). Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.

Verifica-se que em todos os cremes o ΔE da amostra “Sem” foi significativamente maior do que o ΔE do “Teste”, o que está de acordo com as avaliações anteriores em que o “Teste” mostra ter uma cor mais semelhante à “Ref” do que “Sem”. Em destaque, o Creme 2 e 4 mostraram as maiores diferenças, $19,45 \pm 1,15$ e $20,52 \pm 4,74$ respetivamente. Como já observado durante os ensaios ambos os cremes têm receitas bastante diferentes dos restantes por isso o resultado foi o esperado. O Creme 4, tal como na avaliação de características organoléticas foi o creme com a diferença de cor maior. Também se observou que apesar do Creme 1 e 6 terem receitas muito similares, ao remover E171 a diferença de cor no Creme 6 é 45% maior do que no Creme 1. Este resultado está de acordo com as avaliações organoléticas, e reforça a necessidade de reajustar a fórmula do Creme 6. Os Cremes 3 e 5, como esperado depois da avaliação de características organoléticas, mostraram as diferenças mais pequenas em relação à referência.

O valor de ΔE mostra a diferença total entre as cores, ou seja, representa de forma geral as alterações entre as amostras sem especificar nenhuma componente da cor. No entanto de forma a perceber em que medida cada propriedade da cor (tonalidade, saturação e luminosidade) foi responsável por esta diferença foi necessário avaliar outros parâmetros. Neste trabalho foram comparadas as seguintes propriedades: tonalidade (h°); saturação (C^*); e luminosidade (L^*).

Tonalidade

Começando pelo estudo da tonalidade, na **Figura 5.13** são ilustradas as médias do ângulo de Hue (h°) nas amostras “Ref”, “Sem” e “Teste” para cada creme. As médias (\bar{X}) com o respectivo desvio padrão (s) estão apresentadas na **Tabela 5.7**. Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme. A representação do Creme 5 foi feita no gráfico B com uma escala ajustada, de forma a melhorar a sua visualização.

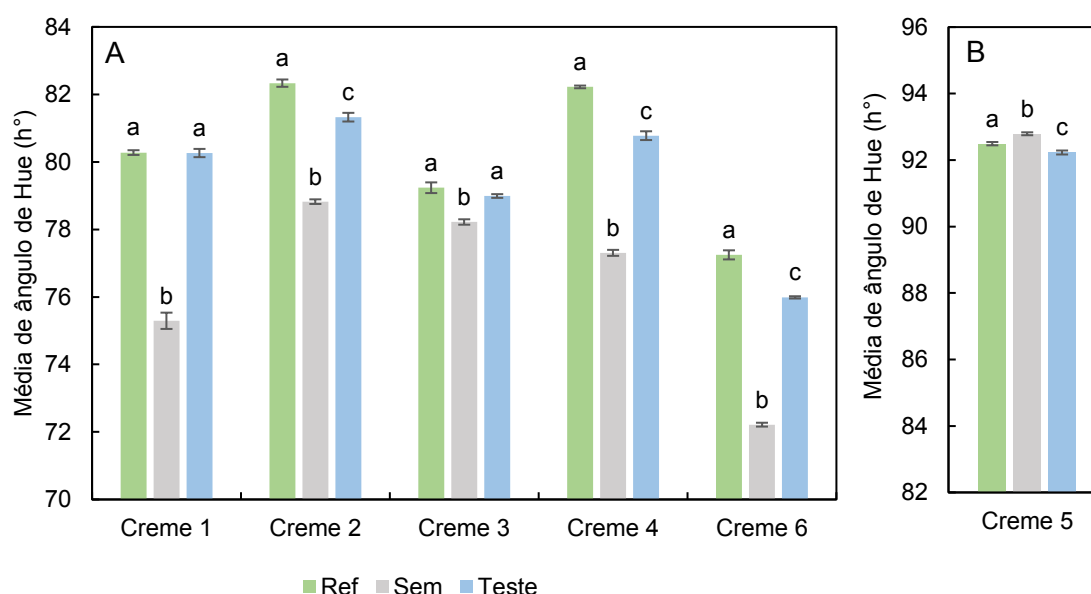


Figura 5.13: Tonalidade da cor em amostras com E171 (“Ref”), sem E171 (“Sem”) e dos vários cremes propostos (“Teste”): (A) Cremes 1, 2, 3, 4 e 6; (B) Creme 5. Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.

O ângulo de Hue (h°) é o valor que representa a tonalidade da cor no sistema de escala de Hunter. A primeira observação foi que no “Teste” em Creme 1 e 3 o valor de h° é estatisticamente igual à “Ref”. O que indica que a diferença de ΔE não é causada por alteração de tonalidade da cor nestes dois cremes. Em particular no Creme 1 onde o ajuste de cor final teve uma quantidade elevada de ensaios, mostrando a importância do acerto de todos os corantes para a tonalidade da cor.

Em todas as amostras “Sem” onde se removeu E171, a tonalidade da cor desviou-se de amarelo em direção ao laranja, exceto no Creme 5 “Sem”. Neste a tonalidade alterou-se em +0,3 em relação à “Ref” de forma inesperada. No enquanto comparativamente com os outros cremes

esta diferença foi muito pequena. As maiores diferenças observaram-se ao remover E171 no Creme 1 e 6, onde a tonalidade baixou em -4,98 e -5,03 respetivamente. Assim pode-se considerar que a diferença positiva de tonalidade na amostra “Sem” do Creme 1, apesar de inesperada, pode ter resultado de erros de pesagem dos corantes dado a sua pequena dimensão comparada aos outros casos. O desvio de amarelo para laranja no h° é esperado pois os corantes utilizados nestas receitas são de facto de cor laranja, que misturados com o branco do E171 resulta em cores mais claras e amareladas.

De forma geral a tonalidade da amostra “Teste” em todos os cremes aproximou-se da “Ref”, mesmo no Creme 5. É importante referir que neste creme a diferença estatística foi muito pequena com “valores p” de 0,004 enquanto que nas outras as diferenças estatísticas tiveram “valores p” iguais ou menores que 0,0005. Os “Testes” dos Cremes 4, 6 e 2 mostraram as maiores diferenças de tonalidade face à “Ref” com as seguintes variações: -1,44; -1,26; e -1,01 nessa ordem. Estes valores são coerentes com as avaliações anteriores pois foram os cremes mais difíceis de trabalhar e com maiores diferenças organoléticas.

Saturação

Seguidamente, a propriedade de saturação das cores foi comparada entre as amostras. Na **Figura 5.14** são representadas as médias das coordenadas Chroma (C^*) nas amostras “Ref”, “Sem” e “Teste” para cada creme. Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.

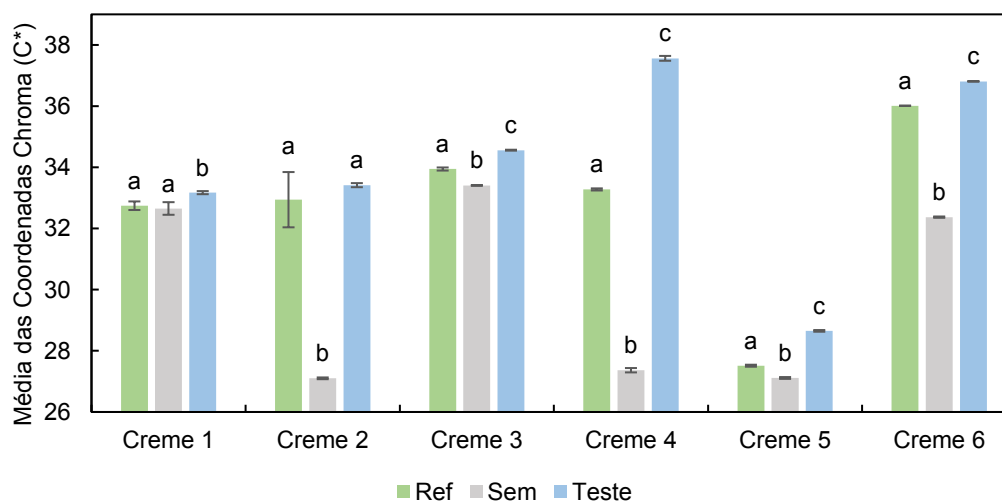


Figura 5.14: Saturação da cor em amostras com E171 (“Ref”), sem E171 (“Sem”) e dos vários cremes propostos (“Teste”). Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.

As coordenadas Chroma (C^*) são o valor que representa a saturação da cor no sistema de escala de Hunter. A primeira observação foi que nos “Testes” de todos os cremes a saturação da cor aumentou ligeiramente ou de forma evidente no caso do Creme 4. Isto poderá explicar porque foi o creme com maior número de acertos na avaliação de características organoléticas. Nas amostras “Sem” verificou-se que nos Cremes 2, 4 e 6, a remoção de E171 teve impacto relevante na saturação da cor, enquanto por exemplo no Creme 1, a saturação entre “Ref” e “Sem” é estatisticamente igual. Este resultado demonstra que E171 pode não ter necessariamente impacto na saturação da cor dependendo da receita do produto. Os Cremes 3 e 5 destacam-se novamente pelas diferenças de menor amplitude, tal como em ΔE e tonalidade.

A estratégia utilizada nas amostras “Teste” de forma geral aumentou a saturação da cor para mais próximo da “Ref”, mas no Creme 4 o aumento foi demasiado elevado. Também se observou que a quantidade utilizada de E171 e de ME2 não tem correlação com o impacto na saturação da cor, porque no Creme 1 e 6 a utilização de E171 é 4 vezes superior que no Creme 4, no entanto os impactos nas amostras “Sem” não se correlacionam. Isto pode indicar que a utilização de E171 beneficia muito mais produtos que originalmente não possuíam nenhuma ML (Creme 2 e 4), enquanto que os restantes mesmo com utilização de uma maior percentagem de E171 não mostram diferenças tão significativas.

Adicionalmente ao verificar que o impacto de E171 na saturação no Creme 1 foi muito inferior à do Creme 6, sendo que a única diferença foi o último ter quase o dobro de corante laranja. Este resultado indica que a utilização de E171 na presença de determinadas concentrações de corante pode aumentar de forma desproporcional e significativa a saturação da cor. De forma geral o aumento de opacidade através de E171 e ME2 aumentam a saturação da cor em todos os cremes. Por outras palavras, em certas circunstâncias a opacidade pode tornar as cores mais intensas em saturação.

Luminosidade

Por último, a luminosidade foi interpretada através de L^* . Na **Figura 5.15** são representadas as médias de luminosidade (L^*) nas amostras “Ref”, “Sem” e “Teste” para cada creme. As médias (\bar{X}) com o respetivo desvio padrão (s) estão apresentadas na **Tabela 5.7**. Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.

De forma geral, como é observado, E171 e ME2 aumentaram a luminosidade da cor nas amostras. E novamente verificou-se que Creme 2 e 4 beneficiam mais da opacidade quer através do E171 quer por ME2, apesar de terem quantidades inferiores de ambos. Nos Cremes 5 e 3 que já tinham opacidade mais elevada originalmente devido às ML na sua receita, observaram-se impactos muito menos significativos apesar de estatisticamente se verificarem diferenças, comparativamente com os restantes cremes.

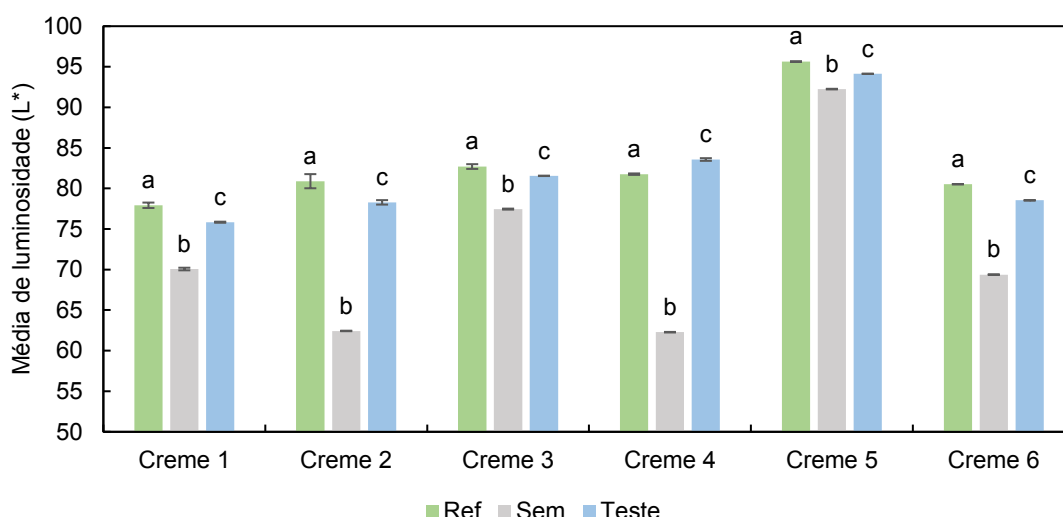


Figura 5.15: Luminosidade da cor em amostras com E171 (“Ref”), sem E171 (“Sem”) e dos vários cremes propostos (“Teste”). Os dados correspondem às médias (\bar{X}) \pm barras de desvio padrão (s) de 3 leituras. As médias representadas por letras minúsculas diferentes são estatisticamente diferentes (ANOVA, $p < 0,05$) entre cada ensaio no mesmo creme.

O Creme 3 foi o que apresentou a menor diferença de luminosidade entre “Ref” e “Teste” (-1,15), seguindo-se do Creme 5 (-1,50). Os Cremes 1 e 2 são os “Testes” que mostraram maior diferença com a “Ref” com variações de -2,09 e -2,61 respetivamente. Estes valores ajudam a interpretar melhor o resultado da avaliação de características organoléticas do Creme 1, onde obteve 4 acertos em 5. No que diz respeito à luminosidade, nenhuma amostra de “Teste” atingiu o valor da “Ref”, sendo que todos são estatisticamente diferentes.

A partir da avaliação colorimétrica foi possível verificar que E171 e ME2 aumentam a tonalidade, a saturação e a luminosidade dos cremes. O Creme 4 destaca-se com as maiores diferenças entre a amostra “Ref” e o “Teste” em três dos quatro parâmetros analisados (ΔE , h° e C^*), seguido do Creme 2. Os Cremes 5, 3 e 1 mostraram as menores diferenças de forma geral em todos os parâmetros.

Comparando todos os parâmetros verificou-se que apesar de ΔE dar uma visão geral das mudanças na cor, os parâmetros de tonalidade, saturação e luminosidade foram essenciais para distinguir exatamente que propriedades da cor estavam ou não afetadas. Pois apesar de não ter sido possível quantificar diretamente a opacidade, a luminosidade e os outros parâmetros mostraram ser úteis para atingir o mesmo objetivo. É importante referir que o Creme 3 teve os melhores resultados em ΔE e L^* , e foi o segundo melhor em h° , estando também em destaque positivo nesta avaliação como na avaliação de características organoléticas. O Creme 6 teve um resultado intermédio, mas cujas diferenças de valores se aproximam mais dos Cremes 4 e 2.

Os Creme 1 e 2 foram mais afetados na luminosidade do que na tonalidade e saturação da cor. Ao contrário dos Cremes 4 e 5 que foram mais afetados na tonalidade e saturação que na luminosidade. O Creme 6 não mostrou nenhuma distinção, e o Creme 3 foi o melhor resultado. Estas conclusões indicam que os Cremes 1 e 2 beneficiariam mais de um ajuste em ME2, enquanto os Cremes 4 e 5 de um ajuste nos corantes, e o Creme 6 em ajustes em ambos.

Apesar do Creme 6 ter apresentado uma maior diferença quantitativa dos parâmetros colorimétricos comparativamente com o Creme 1, na análise sensorial, para ambos os cremes, a avaliação foi igualmente insatisfatória (quatro acertos em cinco provadores). E em ambos, dois dos cinco elementos do painel referiu “textura” como justificação. Desta forma, no capítulo 5.1.7 – “Avaliação de Qualidade” o parâmetro de textura será verificado de forma a tentar justificar esta observação.

5.1.5. Avaliação de Estabilidade

Estabilidade ao Calor

A avaliação de estabilidade ao calor pretendeu aferir em que medida a textura e cor dos cremes se alteravam depois de estar no forno durante 15 minutos a 180°C. Para cada creme foram preparados: referência “Ref”; controlo sem E171 “Sem”; e amostra de “Teste”, seguindo a mesma metodologia usada para os ensaios. Os resultados estão ilustrados na **Figura 5.16**.

A primeira observação foi que todas as amostras de “Ref” mantiveram a sua cor e opacidade após expostas ao calor. No entanto as amostras “Sem” e “Teste” com exceção do Creme 3 e 5, sofreram uma pequena redução de opacidade e um escurecimento da cor. Estes resultados indicam que o E171 é resistente ao calor o que está de acordo com a sua especificação de MP e com a literatura. E por outro lado também indicam que a emulsão criada por ME2 sofre alterações de estabilidade reduzindo a refração da luz, ou seja, reduzindo a opacidade (Ganesh *et al.*, 2014).

Os Cremes 3 e 5 que possuem nas suas fórmulas mais do que uma ML e em maiores quantidades, responderam melhor ao calor. Este resultado está de acordo com a literatura que mostra o efeito positivo dos surfactantes utilizados neste trabalho em emulsões lácteas (Liu *et al.*, 2020; Zhang *et al.*, 2018). Estes dois cremes também não mostraram diferenças a nível de textura, contrariamente aos restantes. Nos Cremes 1, 2, 4 e 6 observaram-se pequenas fissuras à superfície do creme, destacando-se os Cremes 2 e 4. Estas fissuras podem ser indicativas de uma maior incorporação de ar. Como o Creme 4 era o creme mais fluido (organoleticamente) entre todos, fez com que as fissuras se tornassem um pouco mais visíveis à medida que perdia altura comparativamente com o Creme 2 (Atehli *et al.*, 2020).



Figura 5.16: Avaliação de estabilidade no forno para todos os cremes.

Estes resultados indicam que as combinações de ML1, ML6 e ML4 com ME2 podem ajudar a estabilizar as emulsões lácteas nos Cremes 3 e 4 respetivamente, melhorando a sua resposta ao calor em termos de textura, opacidade e cor. Apesar de colorimetricamente os cremes não lácteos terem beneficiado mais do ponto de vista de opacidade. A utilização de apenas ML1, no caso dos Cremes 1 e 6, resultou num desempenho intermédio, enquanto os Cremes 2 e 4 sem qualquer ML, responderam pior ao calor.

Uma observação importante nesta avaliação foi verificar que o Creme 6 mostra uma diferença de cor entre a “Ref” e “Teste” mais evidenciada do que antes de ser submetido a calor. Evidenciado e reforçando a necessidade de ajustar melhor as quantidades de corante laranja já verificada na avaliação colorimétrica. Além disto também se verifica que nesta avaliação o Creme 4 obteve o pior resultado e o Creme 3 o melhor. Concluindo assim que a avaliação de estabilidade ao calor foi bastante coerente com as avaliações organolética e colorimétrica, além de fornecer informação relevante para melhorar a emulsão nos cremes e consequentemente a sua textura e opacidade. Esta avaliação também foi importante para observar a incorporação de ar por parte de ME2.

Estabilidade na batedeira

A avaliação de estabilidade na batedeira pretendeu aferir em que medida a textura, volume e cor dos cremes se alteravam ao longo do processo de mistura na batedeira. Tendo sido obtidas fotografias em seis tempos diferentes: 3, 5, 7, 9, 15 e 20 minutos em mistura. Para cada creme

foram preparadas amostras de referência “Ref” e amostra de “Teste”, seguindo a mesma metodologia usada para os ensaios. Os resultados estão ilustrados na **Figura 5.17**.

Os emulsionantes são muitas vezes utilizados para incorporar ar em batidos de pastelaria e segundo a literatura o tempo de mistura tem influência na estabilidade e volume da emulsão. Por esta razão e por não haver controlo do tempo de mistura que os clientes utilizam, tendo sido reportado que este é frequentemente excedido entre duas a três vezes o recomendado, torna-se necessário averiguar em que medida tempos elevados de mistura afetam as receitas propostas com ME2 (Rodríguez-García *et al.*, 2014).

Neste teste não se verificaram alterações a nível de textura nem de volume até ao tempo final de 20 minutos (6,5 vezes o tempo recomendado). Verificou-se, no entanto um ligeiro escurecimento do “Teste” após 20 minutos, que talvez possa ser explicado pela perturbação da emulsão, afetando a forma como a luz é refratada (Rodríguez-García *et al.*, 2014).

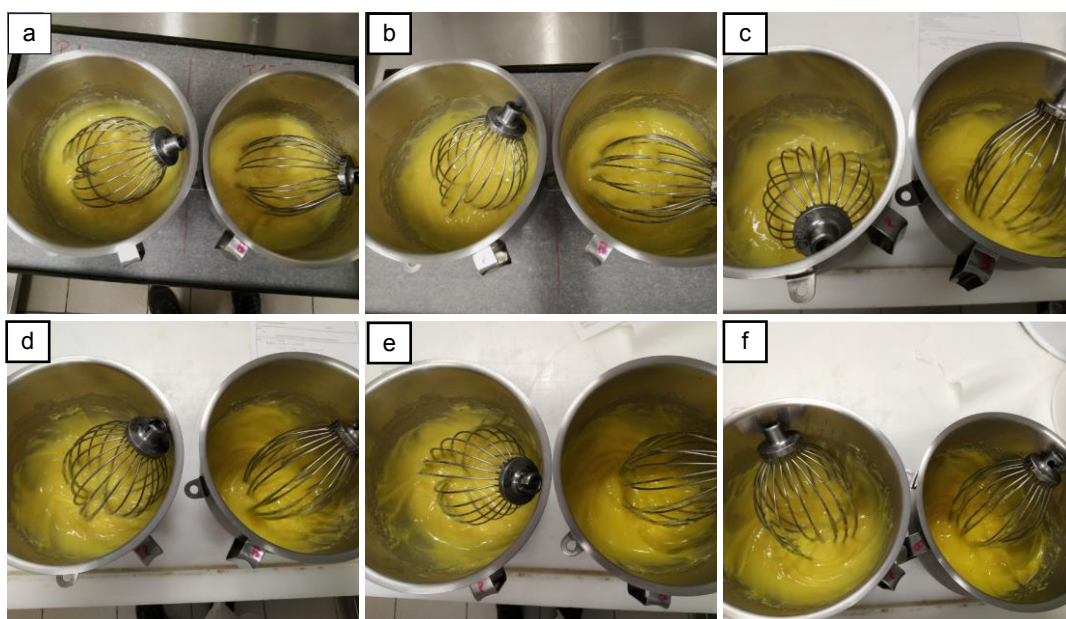


Figura 5.17: Teste bateadeira no Creme 2: a) 3 min; b) 5 min; c) 7 min; d) 9 min; e) 15 min; f) 20 min.

As quantidades utilizadas de ME2 em todos os cremes é inferior à dose recomendada para aplicações em cremes de forma a incorporar ar. E por isso era esperado que não ocorressem mudanças de volume no creme final, tal como verificado. No entanto, é importante repetir este teste se a quantidade de ME2 for aumentada futuramente, pois não foi determinada a dose a partir da qual o impacto no volume começa a ser efetivo.

Estabilidade – sinérese

A avaliação de estabilidade também incluiu a verificação da ocorrência de sinérese nos cremes. Esta avaliação só foi feita nos Cremes 1, 2 e 5 por representarem os 3 tipos de receitas. Para os três cremes foram preparadas amostras de referência “Ref” e amostra “Teste”, seguindo a mesma metodologia usada para os ensaios. Os resultados para o Creme 5 estão ilustrados na **Figura 5.18**. Não se verificou nenhuma separação de água nos três cremes ao final de 24h, indicando não ter ocorrido interferência significativa com os agentes espessantes e com a estabilidade geral dos produtos.



Figura 5.18: Teste de sinérese no Creme 5.

5.1.6. Avaliação de Aplicação

Para avaliar alterações a nível de aplicação dos cremes, o procedimento estabelecido na Empresa é preparar os cremes, rechear massa folhada crua em estilo de “napolitana” e cozinhar no forno. Para cada creme foram preparadas amostras de referência “Ref” e amostra de “Teste”, seguindo a mesma metodologia usada para os ensaios. Os resultados para todos os cremes estão ilustrados na **Figura 5.19**.

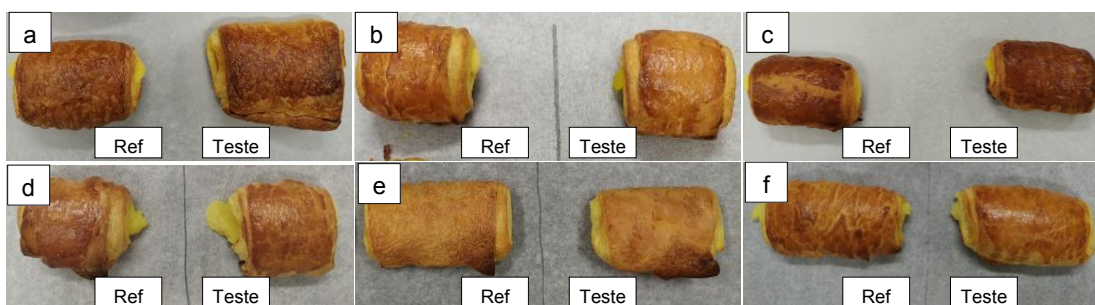


Figura 5.19: Avaliação de aplicação em todos os cremes: a) creme 1; b) creme 2; c) creme 3; d) creme 4; e) creme 5; f) creme 6.

De forma geral, os cremes tiveram um desempenho aceitável na avaliação de aplicação. O Creme 4 por ser mais fluido saiu um pouco do interior da massa folhada, mas o mesmo também ocorreu com a “Ref”. Os restantes cremes não mostraram diferença entre a “Ref” e o “Teste” em termos de fixação na massa. É importante também referir que as diferenças de cor já observadas no “Avaliação de Estabilidade ao Calor” verificaram-se novamente com a mesma amplitude, como esperado. Sendo assim, a utilização de ME2 não resultou em diferenças relevantes do ponto de vista de aplicação técnica do produto em massas folhadas, principalmente porque as diferenças de cor não ficam visualmente tão explícitas.

5.1.7. Avaliação de Qualidade

Na Empresa X cada produto tem parâmetros de qualidade definidos dentro de um intervalo, que são utilizados em todos os controlos de qualidade executados. Estes controlos são feitos em todas as produções com amostras do início, meio e fim de cada lote. Os intervalos dos parâmetros são definidos estatisticamente e são atualizados quando necessário. Para cada creme foram preparadas amostras de referência “Ref” e amostra de “Teste”, seguindo a mesma metodologia usada para os ensaios. Os intervalos padrão e resultados de pH e textura para todos os cremes estão representados na **Tabela 5.8**.

Tabela 5.8: Intervalos padrão e resultados da avaliação de qualidade (pH e textura) para todos os cremes.

	pH				Textura (g)			
	Intervalo	Referência	Teste	Δ	Intervalo	Referência	Teste	Δ
Creme 1	6,19-7,37	6,88	6,90	0,02	150-250	136	132	-4
Creme 2	6,60-7,50	7,31	7,41	0,10	145-285	125	130	+5
Creme 3	5,80-6,80	6,41	6,40	-0,01	125-225	126	133	+7
Creme 4	6,60-7,50	7,40	7,54	0,14	145-285	113	117	+4
Creme 5	6,20-6,80	6,71	6,84	0,13	170-335	205	215	+10
Creme 6	6,20-7,20	7,23	7,16	-0,07	150-250	146	157	+11

Avaliação de pH

Relativamente aos valores de pH, observaram-se diferenças entre 0,01 e 0,14 que podem ser explicadas pela pesagem manual dos ingredientes e pela mistura manual do pré-preparado. Todos os “Testes” obtiveram um valor de pH dentro do intervalo padrão exceto os Cremes 4 e 5 com uma diferença de +0,04 do limite máximo. No entanto como o intervalo de pH é definido a partir de amostras de produção na fábrica, por vezes acontece que amostras preparadas manualmente não se incluam dentro destes limites. Nestes casos é necessário investigar mais

detalhadamente. Além disso no Creme 6, a própria amostra “Ref” obteve um valor de pH 0,03 acima do intervalo do parâmetro. Estes resultados mostram que relativamente ao padrão as diferenças de pH não foram significativas, tendo em conta que os intervalos de pH para os Cremes 4 e 5 têm uma amplitude de 0,9 e 0,6 respetivamente.

Avaliação de Textura

Relativamente à textura, a Empresa X utiliza o valor de rigidez expresso pela força (kg) máxima aplicada no primeiro ciclo de compressão a 25 mm. O procedimento foi seguido como descrito na Metodologia. O comportamento reológico de géis ou fluidos viscosos como os utilizados nestes cremes é descrito como fluido tixotrópico pseudoplástico, segundo a literatura (Sugiono et al., 2019). E de facto, nas amostras “Ref” de todos os cremes a curva descrita nos gráficos obtidos é típica deste comportamento reológico, como ilustrado na **Figura 5.20**. Os ensaios de avaliação de textura nas amostras dos vários cremes propostos (“Teste”) estão representados na **Figura 5.21**. Comparando as curvas das amostras “Teste” com a respetiva “Ref”, observou-se um comportamento semelhante, indicando que as modificações da receita não resultaram em alterações da natureza reológica em nenhum dos cremes neste trabalho.

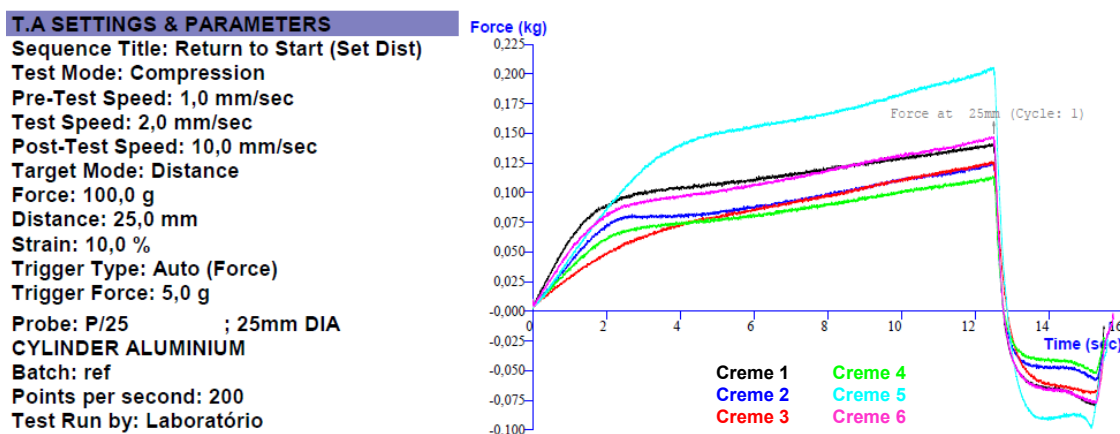


Figura 5.20: Integração dos gráficos de textura para as amostras de referência (“Ref”) de todos os cremes.

Como descrito na **Tabela 5.8**, as amostras “Ref” e “Teste” dos Cremes 1, 2, 4 e 6 encontram-se fora do intervalo do parâmetro de textura. Isto pode ser causado por erros nas pesagens manuais, problemas com alguma matéria-prima, ou alguma outra razão desconhecida. Igualmente às diferenças de pH, esta discrepância com os limites estabelecidos tem de ser

reavaliada. O “Teste” de Creme 6 sofreu a maior diferença relativamente à “Ref”: +11 g. Seguido dos Cremes 5 e 3 com diferenças de +10 e +7 g, respetivamente. O Creme 1, apesar de ter mostrado um bom desempenho do ponto de vista colorimétrico e também de rigidez com uma diferença de apenas -4 g, foi distinguido por 4 dos 5 elementos do painel com 2 menções a “textura”. Isto pode indicar que as diferenças de textura talvez não sejam relacionadas com “rigidez”

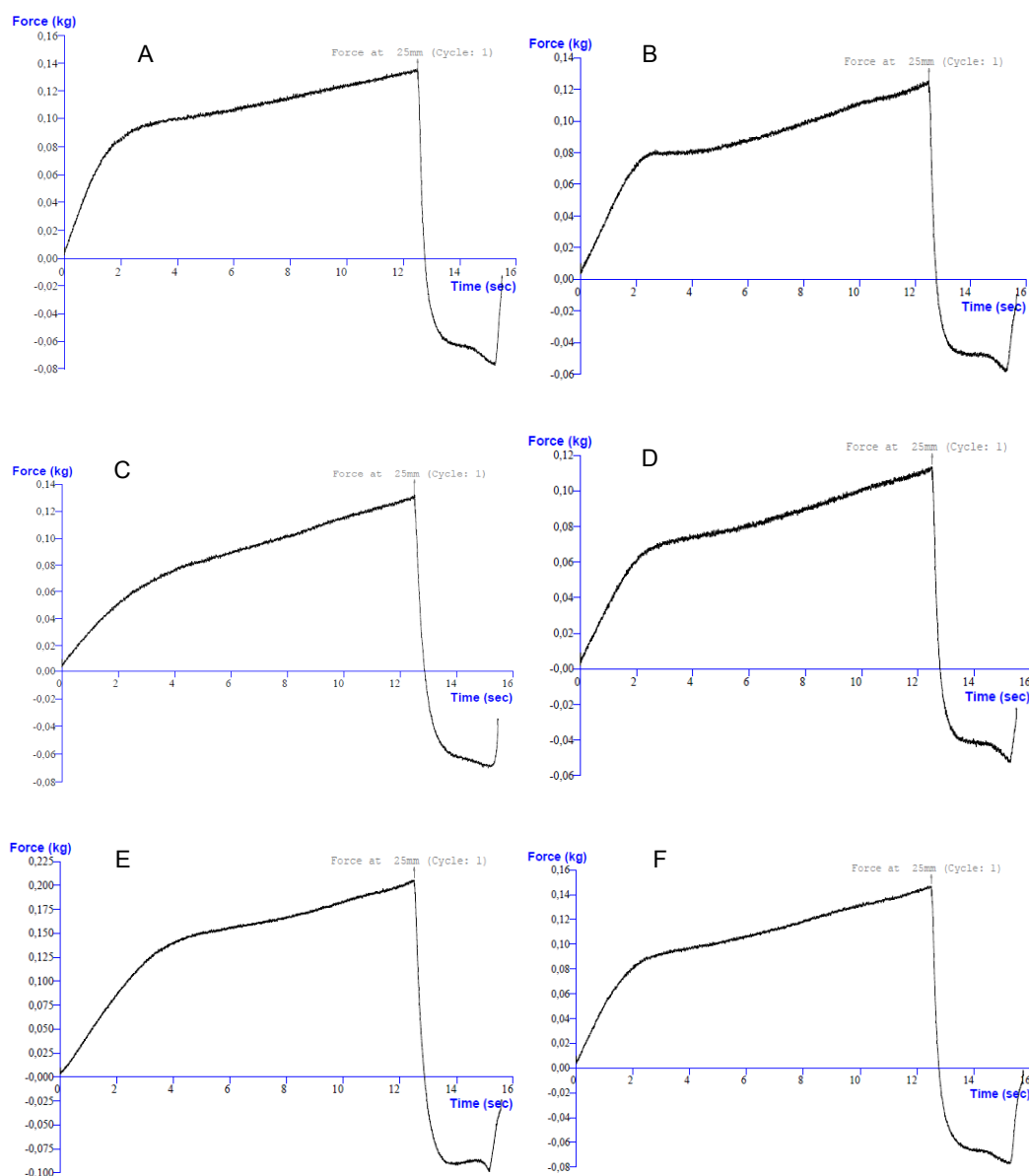


Figura 5.21: Ensaios de avaliação de textura em amostras dos vários cremes propostos (“Teste”): (A) Creme 1; (B) Creme 2; (C) Creme 3; (D) Creme 4; (E) Creme 5 e (F) Creme 6.

Apesar do valor de “rigidez” ter sofrido alterações entre as “Ref” e os “Testes”, o formato da curva manteve-se. As curvas de textura também mostram que a propriedade de “aderência”, representada pela área do pico negativo após a compressão, é semelhante nos Cremes 2 e 4, e inferior aos restantes cremes. Os Cremes 1, 3 e 6 têm aderências intermédias semelhantes. E por fim o Creme 5 destaca-se por uma aderência superior a todos os outros. Comparando “Ref” com “Teste” em cada creme não se verificaram diferenças relevantes de “adesividade”. A partir destes dados não foi possível correlacionar as diferenças de rigidez e de aderência com os resultados obtidos na análise sensorial, no entanto outros parâmetros de textura podem ser quantificados e analisados como coesão, gomosidade, elasticidade, mastigabilidade segundo a literatura (Nishinari et al., 2013). Dada a complexidade de texturas e propriedades reológicas dos alimentos, talvez avaliar outros parâmetros forneça mais informação que permita avaliar a existência de correlação com as diferenças detetadas pelo painel de provadores.

5.1.8. Avaliação de Custo

Após calcular os custos associados a todas as modificações em todos os cremes, obteve-se o balanço descrito na **Tabela 5.9**. Verificou-se uma redução de custo no Creme 1 e 6 em menos 0,009 e 0,098 €/kg, respetivamente. No entanto nos Cremes 2, 3, 4, e 5 houve incremento entre 0,001 e 0,007 €/kg. Apesar de ME2 custar menos 41,25% que E171, a substituição de 1:1 não foi possível, e assim no caso dos Cremes 1 e 6 reduzir os corantes favoreceu financeiramente esta estratégia. O mesmo poderá ser feito nos restantes cremes, visto as suas tonalidades na análise sensorial estarem mais desviadas para o laranja do que a “Ref”. Diminuindo ligeiramente os corantes laranja, o valor de tonalidade seria mais próximo da “Ref” resultando também numa redução de custo.

Tabela 5.9: Avaliação de custo para todos os cremes.

Diferença de custo	
Creme 1	↓ 0,009 €/kg
Creme 2	↑ 0,002 €/kg
Creme 3	↑ 0,007 €/kg
Creme 4	↑ 0,003 €/kg
Creme 5	↑ 0,001 €/kg
Creme 6	↓ 0,098 €/kg
Total	↓ 0,094 €/kg

5.1.9. Estudo de tamanho de partícula do E171

De forma a analisar a possível presença de nanopartículas no E171, foi recolhida uma amostra para analisar por *Dynamic light scattering* (DLS). Preparou-se uma solução de E171 a 1 mM em H₂O ultrapura + 10% de surfactante DMSO. Mesmo com utilização de surfactante e homogeneização a amostra de E171 formou depósito. Para cada amostra foram feitas 10 medidas (cada uma sendo a média de 10 *runs* de 10 segundos cada) a 25°C. O gráfico da distribuição de tamanho de partícula por intensidade de fluorescência está ilustrado na **Figura 5.21**

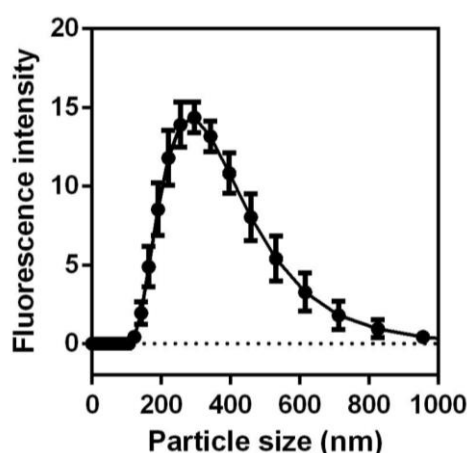


Figura 5.22: Análise de tamanho de partículas por DLS na amostra de E171.

Adicionalmente, o diâmetro hidrodinâmico (D_H) medido imediatamente após homogeneizar foi de $439,00 \pm 10,90$ nm e após algum tempo a depositar foi de $298,50 \pm 2,82$ nm. A mesma suspensão voltou a ser medida de forma a averiguar se o E171 continuava a depositar, mas o valor não sofreu alterações significativas ($298,30 \pm 5,36$ nm). Após 24 h a depositar as partículas em suspensão tiveram um D_H de $219,10 \pm 4,34$ nm. Estes dados mostram que as partículas que se depositam em princípio têm uma dimensão superior ao D_H medido, sugerindo que esta amostra de E171 não continha nanopartículas (inferior a 100 nm). No entanto, como a técnica de DLS apenas mede as partículas em suspensão, não é possível afirmar que não existem nanopartículas no depósito.

No entanto na literatura existem vários estudos que mostram a presença de nanopartículas em amostras de E171 usadas em alimentos. No estudo de Dorier *et al.* (2017) o diâmetro de partículas de uma amostra de E171 é medido por microscopia eletrónica de transmissão (TEM). As suspensões neste caso foram submetidas a sonificação por ultrassons de forma a melhorar e a reduzir a aglomeração e deposição de partículas. Os resultados mostraram que a amostra de E171 tinha uma distribuição de partículas de média em 119 ± 65 nm e que 47% dessas

partículas tinham diâmetro inferior a 100 nm. Também reportaram um valor de $D_H 415,4 \pm 69,5$ nm muito semelhante ao da análise feita neste trabalho imediatamente após a homogeneização. Neste estudo também identificam a amostra de E171 como contendo uma das suas formas cristalinas - anatase, a partir de difração por raio-X (Dorier *et al.*, 2017).

No estudo de Verleysen *et al.* (2020), identificaram 12 em 15 amostras diferentes de E171, onde a média do diâmetro equivalente esférico foi inferior a 100 nm. Os autores identificam-nos como nano materiais de acordo com a definição recomendada pela Comissão Europeia (Commission, 2011; Verleysen *et al.*, 2020). Na literatura também se encontram estudos que recomendam a microscopia eletrónica como a melhor técnica analítica para quantificar a distribuição de tamanho de partícula em substâncias como o E171 (Geiss *et al.*, 2020).

Na reavaliação deste aditivo pela EFSA em 2016, o painel declarou que nenhum estudo sobre efeitos toxicológicos reprodutivos que seguisse as diretrizes da *Organisation for Economic Co-operation and Development* (OECD) estava disponível para avaliação. Os estudos submetidos apontam para efeitos adversos no sistema reprodutivo, mas outros mostraram o contrário. No estudo de Jia *et al.* (2014), não é possível determinar se os efeitos reprodutivos adversos reportados são causados pelas nanopartículas ou pelo TiO_2 (Jia *et al.*, 2014). Sendo assim, o painel afirma que uma vez submetidos estudos de toxicologia reprodutiva conclusivos será então possível definir um ADI. No caso dos estudos no sistema imunológico, o painel afirma que a maioria utilizou nanopartículas de TiO_2 , sem caracterizar adequadamente o tamanho e a natureza (rutilo ou anatase) do material. Isto mostra pouca especificidade na forma como o E171 é estudado, definido e caracterizado nestes estudos. Além disso, parece não estar definida de forma internacional uma metodologia padronizada que permita determinar de forma clara em qualquer amostra de E171 se esta tem ou não nano partículas e que percentagem. Desta forma a EFSA apenas conseguiu fazer uma estimativa preliminar em que considera que E171 pode conter até 3,2% de nanopartículas (EFSA Panel on Food Additives, 2016).

Desde então, uma quantidade significativa de publicações científicas têm questionado a segurança de dióxido de titânio (E171) reportando potenciais riscos associados ao seu consumo. São reportados riscos para o sistema hepático, renal, intestinal e até riscos cancerígenos (Bettini *et al.*, 2017; Brugiroux *et al.*, 2019; Chen *et al.*, 2019; Pedata *et al.*, 2019; Valentini *et al.*, 2019).

Recentemente em 8 de outubro de 2020 o Parlamento Europeu levantou uma objeção contra a proposta de emenda à especificação e utilização de E171 no Regulamento (EU) N 231/2012. A objeção foi aprovada com 443 votos contra 118 (135 abstenções). Esta objeção teve como base: os novos estudos científicos publicados; a ausência de uma necessidade tecnológica convincente para o uso do aditivo; a utilização principal do aditivo em produtos de confeitaria e pastelaria muito consumidos por crianças; a bem sucedida proibição de venda de produtos com E171 em França desde o início de 2020; e a petição por parte de cidadãos europeus suportando a decisão da França com mais de 85 mil assinaturas. Os membros do Parlamento

Europeu pedem à Comissão que aplique o princípio da precaução e que remova o E171 na lista de aditivos alimentares permitidos na União Europeia, rejeitando a adoção do projeto de regulamentação proposto. Neste momento a Comissão é obrigada a emendar a proposta ou retirá-la na totalidade. Estes desenvolvimentos podem resultar na proibição de E171 em toda a União Europeia e não apenas em França (European Parliament, 2020).

5.2. Investigação do portefólio de matérias-primas da Empresa X

Após verificação do portefólio de matérias-primas da Empresa X na sua base de dados, foram identificadas algumas substâncias que no futuro podem vir a ser substituídas. Esta recomendação teve em base: a tendências de mercado; sustentabilidade; qualidade e segurança alimentar; e necessidades e expectativas dos consumidores. O portefólio da Empresa X é composto por 259 MP das quais, 15 são corantes, 43 são aromatizantes, e 64 são MP com aditivos de funções variadas.

Corantes

Entre os 15 corantes, oito são sintéticos, cinco são naturais, e dois não têm a informação sobre a sua natureza. De todos os corantes apenas os naturais e um dos sintéticos fornece os países de origem da substância. Sendo que um deles declara confidencialidade relativamente ao país de origem. Desta lista, são identificados dois corantes que podem vir a ser substituídos por corantes como os betacarotenos: E150c(ii) Corante de amónia e E129 Allura Red.

A reavaliação de E150c(ii) pela EFSA em 2011 concluiu que a exposição na dieta antecipada em crianças e adultos pode exceder a ADI neste aditivo. Adicionalmente afirma existirem incertezas quanto aos efeitos de constituintes deste aditivo no sistema imunitário, e avisa para o risco de presença de genotóxicos 5-hidroximetilfurfural (5-HMF) e furanos em níveis prejudiciais solicitando que as especificações tenham declarado os níveis máximos destes dois compostos. Neste caso a especificação desta MP não tem qualquer informação sobre estes compostos (EFSA, 2004; EFSA Panel on Food Additives, 2011; National Toxicology Program, 2010).

Na reavaliação de E129 Allura Red em 2009, o painel da EFSA concluiu que a ingestão estimada em crianças de 1 a 10 anos podia exceder o ADI de 7 mg/kg de peso corporal. Mas em 2015, com novos dados de exposição afirmou que o ADI não é excedido em nenhuma população.

No entanto os dados de exposição só incluíram 6 de 51 categorias onde o E129 é autorizado. E apenas foram fornecidos à EFSA dados analíticos de 35 categorias de alimentos, pelos Estados Membros. Por esta razão a substituição de E129 pode vir a ser necessária (EFSA, 2015; EFSA Panel on Food Additives, 2009).

Aromatizantes

Os aromatizantes, são substâncias que modificam o sabor dos géneros alimentícios. No entanto são classificados de forma separada dos restantes aditivos alimentares porque têm exigências, métodos e legislação própria. Na Empresa X entre os 43 aromatizantes do portefólio, 16 são sintéticos, 11 são naturais e 16 não têm a sua origem especificada. Em 14 aromatizantes a sua composição não é descrita de forma completa com percentagens da substância ativa e outros componentes. Em 18 aromatizantes não é fornecida qualquer informação sobre os países de origem da MP, sendo que seis destes declaram confidencialidade. Apenas 13 aromatizantes fornecem a informação da natureza, percentagens de composição e países de origem, sendo que destes seis são naturais e os restantes artificiais. Mas apenas um aromatizante fornece 100% da informação, identificando a substância aromatizante como sendo vanilina sintética. Isto mostra que nos aromatizantes o problema principal é a informação incompleta que não vai de encontro com as necessidades e expectativas dos consumidores.

De acordo com o inquérito da *Label Insight* em 2016 a 1522 consumidores nos Estados Unidos da América, 94% quer mais informação do produto e 67% acredita que deve ser responsabilidade da marca e do produtor de fornecer a informação completa do produto (Insight, 2016; Lam *et al.*, 2020). No estudo de Nitzko (2019), 1009 consumidores alemães foram inquiridos sobre os requisitos de transparência nos produtos alimentares. Os resultados neste estudo indicaram que a informação da origem do produto e a sua composição são as mais importantes para o consumidor (Nitzko, 2019).

A utilização de aromatizantes em géneros alimentícios enquadra-se no Regulamento (CE) 1334/2008, e estão definidas legalmente três categorias: substâncias aromatizantes, preparações aromatizantes e substâncias aromatizantes naturais. Apesar das empresas que vendem aromatizantes terem de declarar no rótulo em qual destas três categorias o seu produto encaixa, não são obrigadas a fornecer a lista de ingredientes da mesma forma que os aditivos. Por exemplo, mesmo que um aromatizante seja constituído por 60 substâncias diferentes (incluindo substâncias aromatizantes, óleos essenciais, solventes e extratos) esta MP pode ser declarada apenas como “Substância aromatizante” tanto para o consumidor como até para um fornecedor intermédio.

A lista de substâncias aromatizantes permitidas é definida a partir do mesmo regulamento e as substâncias são avaliadas pela EFSA. No caso das preparações aromatizantes e das substâncias aromatizantes naturais, normalmente há mais transparência pois precisam de cumprir vários requisitos como identificar a sua base no rótulo de forma a não induzir o consumidor em erro. Mas no caso das substâncias aromatizantes, que ainda dominam o mercado, os distribuidores e consumidores estão, na grande maioria dos casos, totalmente alheios ao conjunto de substâncias aromatizantes presentes no produto.

Por estas razões o que acontece na prática é que as empresas que compram aromatizantes constituídos por substâncias aromatizantes, ou seja, artificiais, para utilizar nos seus produtos não podem olhar de forma crítica e procurar mais detalhes e estudos sobre compostos específicos. Por outro lado, o que acontece é que são obrigadas a basear as suas decisões na relação de confiança com o seu fornecedor, e o resto da cadeia de distribuição até aos produtores. Neste caso as certificações da *Global Food Safety Initiative* (GFSI), são talvez a ferramenta mais útil que estas empresas de produto acabado têm para sustentar estas relações de confiança.

Estas empresas com certificação GFSI normalmente tentam aprovar apenas fornecedores também GFSI. Mas não é obrigatório, principalmente se não forem fornecedores diretos e estiverem mais afastados na cadeia de distribuição. A dimensão dos mercados e das cadeias de distribuição numa sociedade globalizada é uma das grandes dificuldades para garantir padrões de qualidade e acima de tudo transparência para os consumidores. E neste momento é importante reconhecer que com a regulamentação e *marketing* dos aromatizantes naturais, cada vez mais os consumidores ficam reticentes ao encontrar a palavra “aroma” na lista de ingredientes de um género alimentício.

Outros Aditivos

Das 64 MPs que utilizam aditivos, que não aromatizantes nem corantes, 9 têm na sua composição aditivos fosfatados reavaliados em 2019 pela EFSA. Estes são os ortofosfatos de sódio (E339), ortofosfatos de cálcio (E341) e difosfatos de potássio e sódio (E450). Analisando o portefólio identificou-se uma MP com E341, duas com E341 e seis com E450. Estes são utilizados maioritariamente como impulsores, e podem vir a ser substituídos por Gluco-delta-lactona (E575), depois desta ser reavaliada pela EFSA. Na reavaliação da EFSA destes aditivos de fosfato, foi concluído que os estudos toxicológicos de curto termo, subcrónicos e crónicos indicam efeitos adversos dos fosfatos no sistema renal, em particular calcificação nos rins e nefropatia tubular. Nos estudos de exposição, verificou-se que crianças e adolescentes podem estar a exceder o ADI proposto destes compostos através da alimentação. Adicionalmente o painel

também concluiu que a exposição a fosfatos através de suplementos alimentares também excede o ADI proposto (EFSA Panel on Food Additives and Flavourings, 2019).

Adoçantes

Os aditivos adoçantes são o último conjunto que ainda não foi reavaliado segundo o Regulamento (EC) N. 257/2010. O protocolo desenvolvido pela EFSA após consulta pública foi publicado em fevereiro de 2020, sendo que a reavaliação está neste momento ainda em curso. O sorbitol (E420) é o adoçante presente no portfólio da Empresa X que será incluído neste processo da EFSA (European Food Safety Authority, 2020).

Apesar da EFSA considerar os adoçantes na generalidade seguros e bem tolerados, existe controvérsia na literatura científica acerca dos efeitos destes compostos na saúde humana. Alguns estudos apontam para um risco aumentado de obesidade, problemas metabólicos e diabetes tipo II. Enquanto outros indicam um efeito redutor no nível de açúcar no sangue. Se na reavaliação da EFSA se concluírem efeitos adversos, é preciso ter em conta que a utilização de adoçantes é cada vez maior e poderá ser identificado um nível de exposição elevado (Fagherazzi *et al.*, 2013; Hu, 2013; Pepino, 2015; Ruiz-Ojeda *et al.*, 2019; Tucker & Tan, 2017).

CONCLUSÃO

Na primeira parte do trabalho várias estratégias para substituição de E171 foram investigadas em seis receitas de pré-preparados de creme de pasteleiro. Foram feitos ensaios e após avaliar e caracterizar o primeiro creme, foi escolhida a estratégia com a misturas emulsionantes ML2, que foi aplicada às restante cinco receitas. A utilização de ML2 mostrou ser a mais vantajosa comparativamente com a utilização dos outros corantes e misturas lácteas testadas. Com uma proporção de 1:5 relativamente a E171, foi possível atingir um nível de opacidade muito semelhante à referência sem impacto no sabor nem no aroma. Além disso resultou num menor número de alterações na informação nutricional do rótulo, menor impacto no custo e maior facilidade no processo de ajuste comparativamente com outros corantes e misturas lácteas. No entanto foram verificadas duas desvantagens na utilização de ME2: a primeira foi ter-se observado um impacto no *mouthfeel* na avaliação de características organoléticas, e na textura na avaliação de qualidade; e a segunda foi não ter sido possível utilizar uma MP sem aditivos, e, portanto, não foi uma substituição *clean label*.

Tendo em conta as avaliações de características organoléticas, colorimétrica, de estabilidade, de aplicação, de qualidade e custos nos seis cremes, chegaram-se às seguintes conclusões: a utilização de misturas lácteas em conjunto com emulsionantes resultou nas substituições mais bem sucedidas. Isto verificou-se nos Cremes 3 e 5, enquanto nos Cremes 2 e 4 que não utilizam nenhuma ML, tiveram os piores resultados. Os resultados obtidos na análise sensorial do I&D e do painel de provadores só podem ser utilizados como indicativos para a Empresa X e não como resultados estatisticamente significativos do ponto de vista académico. Pois uma avaliação de características organoléticas com painel de provadores com experiência deveria ter pelo menos 8 elementos, e um painel com elementos iniciados necessitaria de, no mínimo, 80 elementos, de forma a ter relevância estatística. Desta forma seria importante repetir a análise sensorial respeitando estes requisitos antes de decidir a viabilidade da aplicação da substituição nos cremes estudados. A avaliação colorimétrica mostrou que o Creme 2 pode beneficiar mais de um aumento de ML2 através dos resultados de diferença de luminosidade (L^*). Adicionalmente os Cremes 4 e 6 podem beneficiar mais de uma redução de corante laranja, indicada pela diferença dos valores de tonalidade (h°) comparativamente com a referência. A avaliação de qualidade relativa à textura, mostrou que não foi possível observar correlação entre o viabilidade

da substituição nas outras avaliações com os parâmetros analisados de “rigidez” e “aderência”. Sendo que outros parâmetros como coesão, gomosidade, elasticidade e mastigabilidade podem ter de ser verificados no futuro de forma a perceber em qual parâmetro se baseiam as diferenças reportadas pelo painel de provadores. O estudo de tamanho de partícula do E171 por DLS, sugere que a amostra testada não contém partículas de tamanho inferior a 100 nm. No entanto, como a técnica de DLS apenas mede as partículas em suspensão, não é possível afirmar que não existem nano partículas no depósito que E171 forma em água. A utilização de outra técnica analítica como a microscopia eletrónica é sugerida para este caso. Adicionalmente em 8 de outubro de 2020 o Parlamento Europeu levantou uma objeção contra a proposta de emenda à especificação e utilização de E171 no Regulamento (EU) N 231/2012. Exigindo à Comissão que aplique o princípio de precaução e que remova o E171 da lista de aditivos alimentares permitidos na União Europeia. Estes desenvolvimentos podem resultar na proibição de E171 num futuro próximo. Sendo assim a utilização de misturas emulsionantes mostrou ser uma estratégia viável para a substituição de E171 em pré-preparados de creme de pasteleiro.

Na segunda parte do trabalho foram identificadas que outras matérias-primas utilizadas na mesma fábrica poderiam ser substituídas no futuro tendo em conta a tendência de mercado, expectativas do consumidor e estudos científicos mais recentes. Foram identificados dois corantes, E150c(ii) Corante de amónia e E129 Allura Red, que podem ser substituídos por betacarotenos. O E150c(ii) tem risco de exposição acima do ADI e risco de presença de genotóxicos segundo a literatura. O E129 tem risco de exposição acima do ADI. Foram também identificados 18 aromatizantes onde não é fornecida qualquer informação sobre os países de origem da MP, sendo que seis destes declaram confidencialidade. E 16 não têm a sua natureza especificada (natural, ou sintética). Do conjunto de MP melhorantes foram identificadas nove em que a sua composição inclui aditivos fosfatados E339, E341 ou E450, que podem vir a ser substituídos por E575 após a sua reavaliação pela EFSA. A reavaliação da EFSA destes aditivos fosfatados em 2019 concluiu que os estudos toxicológicos de curto termo, subcrónicos e crónicos indicam efeitos adversos dos fosfatos no sistema renal, em particular calcificação nos rins e nefropatia tubular. Nos estudos de exposição, verificou-se que crianças e adolescentes podem estar a exceder o ADI proposto destes compostos através da alimentação. A última MP identificada para possível substituição foi o sorbitol (E420). Apesar da EFSA considerar os adoçantes na generalidade seguros e bem tolerados, existe controvérsia na literatura científica acerca dos efeitos destes compostos na saúde humana. Além disso como os adoçantes ainda não foram submetidos à reavaliação de aditivos prevista no Regulamento (EC) N. 257/2010, a sua utilização pode sofrer restrições num futuro próximo. A Empresa X foi então aconselhada a: substituir dois corantes (E150c(ii) e E129); obter mais informação de países de origem de 18 aromatizantes e natureza natural ou sintética de 16 aromas; substituir ou reduzir a quantidade de 9 MP devido a aditivos fosfatados E339, E341 ou E450; e manter-se alerta perante a reavaliação num futuro próximo de adoçantes como o sorbitol (E420).

PERSPECTIVAS FUTURAS

As três principais recomendações neste trabalho são: reavaliar os limites padrão de pH e textura e investigar a causa das diferenças observadas entre os ensaios manuais e produções teste na fábrica; utilização de painel de provadores com um número de elementos superior de forma a validar os resultados estatisticamente; quantificar o valor de opacidade por exemplo através da transmitância de forma a avaliar de forma mais direta a capacidade opacificante de E171 e dos substitutos a testar; e por fim, quantificar mais parâmetros reológicos como coesão, gomosidade, elasticidade e mastigabilidade, que podem representar as diferenças no *mouthfeel* reportadas na análise sensorial.

A tendência de mercado do *clean label* tem vindo a ganhar terreno na indústria alimentar apesar de ainda não existir uma definição legal na União Europeia. No entanto as empresas têm mostrado muitos desenvolvimentos nesta direção, pois os consumidores cada vez têm mais atenção aos rótulos dos géneros alimentícios no momento de compra. Por esta razão são aqui propostas duas alternativas *clean label* para substituição de E171: amido de arroz e proteína de grão de bico.

O amido de arroz é hipoalergénico, tem um sabor neutro, forma um gel suave em textura e apresenta uma cor branca. E já algumas empresas o estão a propor como alternativa natural a E171, como por exemplo a empresa BENEIO com o produto Remy B7® baseado em amido de arroz. Os grânulos de amido de arroz são os mais pequenos comparados com outros tipos de amido, apresentando dimensões entre 3 e os 8 μm , enquanto por exemplo amido de batata tem entre 15 a 75 μm . Assim os grânulos de amido de arroz aproximam-se mais das dimensões das micelas de caseína no leite (0,08 a 0,12 μm) e dos glóbulos de gordura do leite (0,2 a 15 μm) (Bao & Bergman, 2018; Heffernan *et al.*, 2016; Hristov *et al.*, 2016; Pérez & Bertoft, 2010).

Segundo o estudo de Wani *et al.* (2012) são os grânulos do amido os responsáveis por refratar a luz, resultando em maior opacidade. E no estudo de Bagheri *et al.* (2018) o amido de arroz mostrou ser uma opção viável para substituir 5% da gordura em natas, resultando em propriedades sensoriais e físicas desejáveis (Bagheri *et al.*, 2018; Wani *et al.*, 2012).

Outra opção *clean label* para substituir E171, é a proteína de grão de bico. Já várias empresas propõem esta proteína como um substituto de proteína do leite com mais benefícios do que a soja e frutos secos de casca rija que além de serem alergénios, são inferiores ao grão de bico do ponto de vista nutricional. A CHICKP e NUTRIATI são exemplos de empresas que propõem esta proteína como substituto de proteína de leite.

O tamanho de partículas uniforme e pequeno, a capacidade de emulsionar e de criar espuma, o aroma neutro, e o alto teor de proteína, a capacidade de adsorção de água e gordura e a solubilidade contribuem para características organoléticas e funcionalidades desejáveis. Estas propriedades podem depender de elementos moleculares nas proteínas (composição de aminoácidos estruturas secundárias, distribuição de carga elétrica e hidrofobicidade à superfície da proteína), condições de processamento e fatores ambientais. Esta pode ser uma opção a considerar na substituição de E171. (Lopes *et al.*, 2020; Nachay & Malochleb, 2018; Shevkani *et al.*, 2019).

BIBLIOGRAFIA

- Angus, A., & Westbrook, G. (2019). Top 10 Global Consumer Trends. *Euromonitor International*. Disponível a partir de <https://go.euromonitor.com/white-paper-EC-2019-Top-10-Global-Consumer-Trends.html#download-link>. (Acedido a 04-11-2020)
- Atehli, D., Wang, J., Yu, J., Ali, F., & Wang, Y. (2020). Effects of mono-and diglycerides of fatty acids on the milk fat globule membrane after heat treatment. *International Journal of Dairy Technology*, 73(4), 667-673.
- Bagheri, F., Radi, M., & Amiri, S. (2018). Evaluating the function of cross-linked rice starch as a fat replacer in low fat cream. *International Journal of Dairy Technology*, 71(4), 981-991.
- Bao, J., & Bergman, C. J. (2018). Rice flour and starch functionality *Starch in Food: Structure, Function and Applications* (pp. 373-419): Elsevier.
- Bettini, S., Boutet-Robinet, E., Cartier, C., Coméra, C., Gaultier, E., Dupuy, J., Naud, N., Taché, S., Grysan, P., & Reguer, S. (2017). Food-grade TiO₂ impairs intestinal and systemic immune homeostasis, initiates preneoplastic lesions and promotes aberrant crypt development in the rat colon. *Scientific reports*, 7, 40373.
- Brar, S. K., & Verma, M. (2011). Measurement of nanoparticles by light-scattering techniques. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 30(1), 4-17.
- Brugiroux, S., Sauvaitre, T., Roche, G., Ledieu, C., Chevarin, C., Godfraind, C., Massard, C., Awitor, O., Barnich, N., & Bonnet, M. (2019). Impacts of additive food E171 (titanium dioxide) on the gut microbiota and colorectal carcinogenesis in APCmin/+ murine model. *Digestive Disease Week 2019*, San Diego, United States. ([hal-02307701](https://doi.org/10.1093/ibd/ibz001)).
- Burey, P., Bhandari, B., Rutgers, R., Halley, P., & Torley, P. (2009). Confectionery gels: A review on formulation, rheological and structural aspects. *International Journal of Food Properties*, 12(1), 176-210.
- Chen, Z., Zhou, D., Zhou, S., & Jia, G. (2019). Gender difference in hepatic toxicity of titanium dioxide nanoparticles after subchronic oral exposure in Sprague-Dawley rats. *Journal of Applied Toxicology*, 39(5), 807-819.
- Cheng, N., Barbano, D. M., & Drake, M. (2019). Effects of milk fat, casein, and serum protein concentrations on sensory properties of milk-based beverages. *Journal of Dairy Science*, 102(10), 8670-8690.
- Commission, E. (2011). Commission recommendation of 18 October 2011 on the definition of nanomaterial. *Official Journal of the European Union*, 275, 38.
- Dorier, M., Béal, D., Marie-Desvergne, C., Dubosson, M., Barreau, F., Houdeau, E., Herlin-Boime, N., & Carriere, M. (2017). Continuous in vitro exposure of intestinal epithelial cells to E171 food additive causes oxidative stress, inducing oxidation of DNA bases but no endoplasmic reticulum stress. *Nanotoxicology*, 11(6), 751-761.
- Duff, J. D., & Dietrich, L. E. (1933). Process of making alpha dehydrated flour mixture. Patent US1931892A, United States.
- EFSA. (2004). Report of the Scientific Panel on Contaminants in the Food Chain on provisional findings on furan in food. *EFSA Journal*, 137, 1-20.
- EFSA. (2008). Assessment of the results of the study by McCann et al.(2007) on the effect of some colours and sodium benzoate on children's behaviour [1]—Scientific Opinion of the Panel on Food Additives, Flavourings, Processing Aids and Food Contact Materials (AFC). *EFSA Journal*, 6, 660.

- EFSA. (2015). Refined exposure assessment for Allura Red AC (E 129). *EFSA Journal*, 13(2), 4007.
- EFSA Panel on Food Additives. (2009). Scientific Opinion on the re-evaluation of Allura Red AC (E 129) as a food additive. *EFSA Journal*, 7(11), 1327.
- EFSA Panel on Food Additives. (2011). Scientific Opinion on the re-evaluation of caramel colours (E 150 a, b, c, d) as food additives. *EFSA Journal*, 9(3), 2004.
- EFSA Panel on Food Additives. (2016). Re-evaluation of titanium dioxide (E 171) as a food additive. *EFSA Journal*, 14(9), e04545.
- EFSA Panel on Food Additives and Flavourings. (2019). Re-evaluation of phosphoric acid–phosphates–di-, tri- and polyphosphates (E 338–341, E 343, E 450–452) as food additives and the safety of proposed extension of use. *EFSA Journal*, 17(6), e05674.
- Einstein, A. (1956). *Investigations on the Theory of the Brownian Movement*. New York: Dover Publications.
- Erisman, J. W., Sutton, M. A., Galloway, J., Klimont, Z., & Winiwarter, W. (2008). How a century of ammonia synthesis changed the world. *Nature Geoscience*, 1(10), 636-639.
- European Food Safety Authority. (2020). Outcome of the public consultation on a draft protocol for the assessment of hazard identification and characterisation of sweeteners. *EFSA Supporting Publications*, 17(2), 1803E.
- European Parliament. (2020). *MOTION FOR A RESOLUTION -on the draft Commission regulation amending the Annex to Regulation (EU) No 231/2012 laying down specifications for food additives listed in Annexes II and III to Regulation (EC) No 1333/2008 of the European Parliament and of the Council as regards specifications for titanium dioxide (E 171) (D066794/04 – 2020/2795(RPS))*. Disponível a partir de https://www.europarl.europa.eu/doceo/document/B-9-2020-0308_EN.pdf. (Acedido a 15-11-2020)
- Fagherazzi, G., Vilier, A., Saes Sartorelli, D., Lajous, M., Balkau, B., & Clavel-Chapelon, F. (2013). Consumption of artificially and sugar-sweetened beverages and incident type 2 diabetes in the Etude Epidémiologique auprès des femmes de la Mutuelle Générale de l'Education Nationale–European Prospective Investigation into Cancer and Nutrition cohort. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 97(3), 517-523.
- Fox, P., Uniacke-Lowe, T., McSweeney, P., & O'Mahony, J. (2015). Milk proteins *Dairy chemistry and biochemistry* (pp. 145-239). Boston, MA: Springer.
- Ganesh, I., Kumar, P. P., Annapoorna, I., Sumliner, J. M., Ramakrishna, M., Hebalkar, N. Y., Padmanabham, G., & Sundararajan, G. (2014). Preparation and characterization of Cu-doped TiO₂ materials for electrochemical, photoelectrochemical, and photocatalytic applications. *Applied Surface Science*, 293, 229-247.
- Geiss, O., Ponti, J., Senaldi, C., Bianchi, I., Mehn, D., Barrero, J., Gilliland, D., Matissek, R., & Anklam, E. (2020). Characterisation of food grade titania with respect to nanoparticle content in pristine additives and in their related food products. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 37(2), 239-253.
- Gratton, L., López-Arias, T., Calza, G., & Oss, S. (2009). The whiteness of things and light scattering. *Physics Education*, 44(4), 411.
- Haider, A. J., Jameel, Z. N., & Al-Hussaini, I. H. (2019). Review on: titanium dioxide applications. *Energy Procedia*, 157, 17-29.
- Heffernan, S., Mulvihill, D., & Kelly, A. (2016). Liqueurs: Cream Liqueurs. *Encyclopedia of Food and Health*. Caballero, B., Finglas, P. M., Toldrá, F. (Eds), (pp. 550-555), Academic Press
- Hoekstra, R., Kiers, H., & Johnson, A. (2012). Are assumptions of well-known statistical techniques checked, and why (not)? *Frontiers in psychology*, 3, 137.

- Hristov, P., Mitkov, I., Sirakova, D., Mehandgiiski, I., & Radoslavov, G. (2016). Measurement of casein micelle size in raw dairy cattle milk by dynamic light scattering. *Milk Proteins—From Structure to Biological Properties and Health Aspects*. Gigli, I. (Ed), (pp. 19-32), IntechOpen.
- Hsieh-Lo, M., Castillo, G., Ochoa-Becerra, M. A., & Mojica, L. (2019). Phycocyanin and phycoerythrin: Strategies to improve production yield and chemical stability. *Algal Research*, 42, 101600.
- Hu, F. B. (2013). Resolved: there is sufficient scientific evidence that decreasing sugar-sweetened beverage consumption will reduce the prevalence of obesity and obesity-related diseases. *Obesity reviews*, 14(8), 606-619.
- Insight, L. (2016). How consumer demand for transparency is shaping the food industry. *Label Insight, Inc., available at: www.labelinsight.com/hubfs/Label_Insight-Food-Revolution-Study.pdf*.
- Jia, F., Sun, Z., Yan, X., Zhou, B., & Wang, J. (2014). Effect of pubertal nano-TiO₂ exposure on testosterone synthesis and spermatogenesis in mice. *Archives of toxicology*, 88(3), 781-788.
- Lam, T. K., Heales, J., Hartley, N., & Hodgkinson, C. (2020). Consumer Trust in Food Safety Requires Information Transparency. *Australasian Journal of Information Systems*, 24, <https://doi.org/10.3127/ajis.v24i0.2219>.
- Liu, W.-Q., Yang, S.-Z., Gang, H.-Z., Mu, B.-Z., & Liu, J.-F. (2020). Efficient emulsifying properties of monoglycerides synthesized via simple and green route. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 41(12), 1902-1910.
- Lopes, M., Pierrepont, C., Duarte, C. M., Filipe, A., Medronho, B., & Sousa, I. (2020). Legume beverages from chickpea and lupin, as new milk alternatives. *Foods*, 9(10), 1458.
- Mascarello, G., Pinto, A., Parise, N., Crovato, S., & Ravarotto, L. (2015). The perception of food quality. Profiling Italian consumers. *Appetite*, 89, 175-182.
- Maslow, A. (1943). a theory of human motivation. *Psychological Review*, 50(4), 370-396.
- McCann, D., Barrett, A., Cooper, A., Crumpler, D., Dalen, L., Grimshaw, K., Kitchin, E., Lok, K., Porteous, L., & Prince, E. (2007). Food additives and hyperactive behaviour in 3-year-old and 8/9-year-old children in the community: a randomised, double-blinded, placebo-controlled trial. *The lancet*, 370(9598), 1560-1567.
- Mohammadi, A., Rafiee, S., Emam-Djomeh, Z., & Keyhani, A. (2008). Kinetic models for colour changes in kiwifruit slices during hot air drying. *World Journal of Agricultural Sciences*, 4(3), 376-383.
- Nachay, K., & Malochleb, M. (2018). Clean, Green, and Lean: IFT18 Ingredient Trends. *Food Technology*, 72(9), 52-81.
- National Toxicology Program. (2010). NTP toxicology and carcinogenesis studies of 5-(Hydroxymethyl)-2-furfural (CAS No. 67-47-0) in F344/N rats and B6C3F1 mice (gavage studies). *National Toxicology Program technical report series(554)*, 7.
- Nishinari, K., Kohyama, K., Kumagai, H., Funami, T., & Bourne, M. C. (2013). Parameters of texture profile analysis. *Food Science and Technology Research*, 19(3), 519-521.
- Nitzko, S. (2019). Consumer requirements for food product transparency. *Ernahrungs Umschau*, 66(10), 198-203.
- Pedata, P., Ricci, G., Malorni, L., Venezia, A., Cammarota, M., Volpe, M. G., Iannaccone, N., Guida, V., Schiraldi, C., & Romano, M. (2019). In vitro intestinal epithelium responses to titanium dioxide nanoparticles. *Food Research International*, 119, 634-642.
- Pepino, M. Y. (2015). Metabolic effects of non-nutritive sweeteners. *Physiology & behavior*, 152, 450-455.

- Pérez, S., & Bertoft, E. (2010). The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review. *Starch-Stärke*, 62(8), 389-420.
- Peri, C. (2006). The universe of food quality. *Food quality and preference*, 17(1-2), 3-8.
- Petrescu, D. C., Vermeir, I., & Petrescu-Mag, R. M. (2020). Consumer Understanding of Food Quality, Healthiness, and Environmental Impact: A Cross-National Perspective. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 17(1), 169.
- Pulidindi, K., & Mukherjee, S. (2019). *Titanium Dioxide Market Size By Process (Sulfate, Chloride), By Grade (Rutile, Anatase), By Product (Pigmentary, Ultrafine), By Application (Food, Paints & Coatings, Paper & Pulp, Textiles, Plastics & Rubber, Cosmetics, Printing Inks), Industry Analysis Report, Growth Potential, Price Trends, Competitive Market Share & Forecast, 2020 - 2026 (GMI2287)*. Disponível a partir de <https://www.gminsights.com/industry-analysis/titanium-dioxide-market>
- Pycia, K., Gryszkin, A., Berski, W., & Juszczak, L. (2018). The influence of chemically modified potato maltodextrins on stability and rheological properties of model oil-in-water emulsions. *Polymers*, 10(1), 67.
- Regulation (EC) no 1331/2008 of the European Parliament and of the Council of 16 December 2008 establishing a common authorisation procedure for food additives, food enzymes and food flavourings. *Official Journal of European Communities L*, 354, 1-6.
- Regulation (EU) No 257/2010 of 25 March 2010 setting up a programme for the re-evaluation of approved food additives in accordance with Regulation (EC) No 1333/2008 of the European Parliament and of the Council on food additives. *OJ L 80/19*; 26.3. 2010.
- Regulation of the European Parliament and of the Council of 25 October 2011 on the provision of food information to consumers, amending Regulations (EC) No 1924/2006 and (EC) No 1925/2006 of the European Parliament and of the Council, and repealing Commission Directive 87/250/EEC, Council Directive 90/496/EEC, Commission Directive 1999/10/EC, Directive 2000/13/EC of the European Parliament and of the Council, Commission Directives 2002/67/EC and 2008/5/EC and Commission Regulation (EC) No 608/2004, 1169/2011/EU. *Official Journal*, 50.
- Rehan, F., Ahemad, N., & Gupta, M. (2019). Casein nanomicelle as an emerging biomaterial—A comprehensive review. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 179, 280-292.
- Ribeiro, J. S., & Veloso, C. M. (2021). Microencapsulation of natural dyes with biopolymers for application in food: A review. *Food hydrocolloids*, 112, 106374.
- Rodriguez-Amaya, D. B. (2019). Update on natural food pigments-A mini-review on carotenoids, anthocyanins, and betalains. *Food Research International*, 124, 200-205.
- Rodríguez-García, J., Sahi, S. S., & Hernando, I. (2014). Optimizing mixing during the sponge cake manufacturing process. *Cereal Foods World*, 59(6), 287-292.
- Ruiz-Ojeda, F. J., Plaza-Díaz, J., Sáez-Lara, M. J., & Gil, A. (2019). Effects of sweeteners on the gut microbiota: a review of experimental studies and clinical trials. *Advances in Nutrition*, 10(suppl_1), S31-S48.
- Salo, P. W., & Huber, L. J. (1950). Gingerbread mix: Patent US2496678A, United States.
- Shevkani, K., Singh, N., Chen, Y., Kaur, A., & Yu, L. (2019). Pulse proteins: Secondary structure, functionality and applications. *Journal of Food Science and Technology*, 56(6), 2787–2798.
- Sioli, M. (2005). Dark Tide: The Great Molasses Flood of 1919. *Italian Americana*, 23(1), 119-120.
- Sugiono, S., Masruri, M., Estiasih, T., & Widjarnako, S. B. (2019). Structural and Rheological Characteristics of Alginate from Sargassum Cristaeofolium Extracted by twin screw extruder. *Journal of Aquatic Food Product Technology*, 28(9), 944-959.

- Szűcs, V., Szabó, E., Guerrero, L., Tarcea, M., & Bánáti, D. (2019). Modelling of avoidance of food additives: a cross country study. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 70(8), 1020-1032.
- Tucker, R. M., & Tan, S.-Y. (2017). Do non-nutritive sweeteners influence acute glucose homeostasis in humans? A systematic review. *Physiology & behavior*, 182, 17-26.
- Valentini, X., Rugira, P., Frau, A., Tagliatti, V., Conotte, R., Laurent, S., Colet, J.-M., & Nonclercq, D. (2019). Hepatic and renal toxicity induced by TiO₂ nanoparticles in rats: a morphological and metabonomic study. *Journal of Toxicology*, 2019, 5767012.
- Verleysen, E., Waegeneers, N., Brassinne, F., De Vos, S., Jimenez, I. O., Mathioudaki, S., & Mast, J. (2020). Physicochemical characterization of the pristine E171 food additive by standardized and validated methods. *Nanomaterials*, 10(3), 592.
- Volkert, M., & Serrur, M. (2020). Future outlooks *Nutritional and Health Aspects of Food in Western Europe* (pp. 239-247): Elsevier.
- Wani, A. A., Singh, P., Shah, M. A., Schweiggert-Weisz, U., Gul, K., & Wani, I. A. (2012). Rice starch diversity: Effects on structural, morphological, thermal, and physicochemical properties—A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 11(5), 417-436.
- WHO. (2020a). Food additives. Disponível a partir de <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/food-additives>. (Acedido a 10-11-2020)
- WHO. (2020b). Food Safety - Fact sheets. Disponível a partir de <https://www.who.int/en/news-room/fact-sheets/detail/food-safety>. (Acedido a 10-11-2020)
- World Health Organization. (2015). *WHO estimates of the global burden of foodborne diseases: foodborne disease burden epidemiology reference group 2007-2015*. (9241565160). World Health Organization.
- Worldometers. (2020). Current World Population. Disponível a partir de <https://www.worldometers.info/world-population/>. (Acedido a 15-11-2020)
- Zhang, L., Zhang, X., Zhang, P., Zhang, Z., Liu, S., & Han, B. (2018). Efficient emulsifying properties of glycerol-based surfactant. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 553, 225-229.
- Zhong, Y., Wu, L., Chen, X., Huang, Z., & Hu, W. (2018). Effects of food-additive-information on consumers' willingness to accept food with additives. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 15(11), 2394.

Anexo I. Ficha de especificação de matéria-prima utilizada na Empresa X, ilustrada nas Figuras A.1, A.2, A.3 e A.4.

RAW MATERIAL SPECIFICATION					
Article name: SAP Code:		Supplier's article name: Supplier's article code:			
If a specific point is answered by your own document, please refer to the document in the questionnaire and annex it. Please send us your own specification / technical data sheet < 3 years.					
1. GENERAL INFORMATION					
2. SUPPLIER / PRODUCER					
3. APPLICATION / DOSAGE					
4. SENSORY					
5. INGREDIENT LIST ACCORDING TO REGULATION (EU) 1169/2011					
Ingredients	Description/Function	E-No.	Quantity %	Source	Country of origin
Rehydratisation factor:					
<p>For oils and fats:</p> <p>Does the product contain hydrogenated fat/oil? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no <input type="checkbox"/> N.A.</p> <p>If yes, is this partly hydrogenated? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no <input type="checkbox"/> N.A.</p> <p>If yes, is this fully hydrogenated? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no <input type="checkbox"/> N.A.</p> <p>Does the product contain trans fatty acids? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no <input type="checkbox"/> N.A.</p> <p>If yes, please indicate the level of trans fatty acids per 100g product: _____</p> <p>If yes, what is the origin of the trans fatty acids? <input type="checkbox"/> plant <input type="checkbox"/> animal <input type="checkbox"/> N.A.</p> <p>Is the product palm free? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no <input type="checkbox"/> N.A.</p> <p>For flavourings:</p> <p>Please mention the status of the flavouring according Regulation (EU) 1334/2008</p> <p><input type="checkbox"/> flavouring</p> <p><input type="checkbox"/> natural flavouring substance</p> <p><input type="checkbox"/> natural flavouring</p> <p><input type="checkbox"/> natural (X*) flavouring with other natural flavourings</p> <p><input type="checkbox"/> natural (X*) flavouring</p> <p>specify the X : _____</p> <p>specify the X : _____</p> <p><small>* X is the reference to a food, food category or a vegetable or animal flavouring source (article 16, §4 and 5 of the 1334/2008) (e.g. strawberry)</small></p> <p>Does the flavouring contain limited substances according Regulation (EU) 1334/2008? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>If yes, specify which one, at which level _____</p> <p>Does the flavouring contain vanillin? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>Does the flavouring contain ethylalcohol? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>For colouring foods:</p> <p>Is the colouring food/extract/concentrate according to the "EU Guidance notes on the classification of food extracts with colouring properties, Version 1 of 29th November 2013" ?</p> <p><input type="checkbox"/> Yes <input type="checkbox"/> No <input type="checkbox"/> N.A.</p> <p>For additives:</p> <p>Is the additive conform to Regulation (EU) 231/2012 laying down specifications for food additives? <input type="checkbox"/> Yes <input type="checkbox"/> No</p>					

Figura A.1: Anexo I - Raw Material Specification (1/4)

6. NUTRITIONAL VALUES

Nutritional values per 100g product

	%	Units	A : analysed C : calculated	In case of analysis, please define frequency
Energy		kcal		
Energy		kJ		
Fat		g		
of which saturates		g		
of which mono-unsaturates		g		
of which polyunsaturates		g		
Carbohydrate		g		
of which sugars		g		
of which polyols		g		
of which starch		g		
Fibre		g		
Protein		g		
Salt (=sodium x 2,5)		g		
Sodium		mg		

Nutritional values in bold are mandatory. If the value is zero, indicate 0.

7. SUITABILITY

Diet	Suitability		Certification	
Halal	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no
Kosher	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no
Gluten free (< 20ppm gluten)	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no
Vegans	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no
Vegetarians	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no	<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no

If **certified**, please send us the certificate

If **not Halal certified**, please fill the sheet "HALAL"

For all **animal origin** raw materials, please send us your Health/ Sanitary license.

8. MICROBIOLOGICAL / PHYSICAL / CHEMICAL PARAMETERS

Microbiological Parameters	Max.	Unit	Testing frequency	Method
Total plate count		cfu/g		
Yeast		cfu/g		
Osmophilic yeast		cfu/g		
Moulds		cfu/g		
Enterobacteriaceae		cfu/g		
Coliforms		cfu/g		
Escherichia coli		cfu/g		
Salmonella		cfu/25 g		
Listeria monocytogenes		cfu/25g		
Staphylococcus aureus		cfu/g		
Enterococcus		cfu/g		
Bacillus cereus		cfu/g		

Physical/Chemical Parameters	Target / Unit	Min.	Max.	Testing frequency	Method

Figura A.2: Anexo I - Raw Material Specification (2/4)

9. ALLERGENS					
Please indicate the presence of allergens (Y / N):					
Allergens (acc. to annex II REG1169/2011)	As ingredient (1)	In the same line (2)	In the factory (3)	Risk of cross- contamination (4)	If you have answered Y to any of the previous questions, indicate the max allergenic protein contents (mg / kg)
Cereals containing gluten					
Wheat					
Rye					
Barley					
Oats					
Spelt					
Kamut or their hybridised strains					
Crustaceans and products thereof					
Eggs and products thereof					
Fish and products thereof					
Peanuts / Groundnut and products					
Soya and products thereof (including					
Milk and products thereof (& lactose)					
Nuts and products thereof					
Almonds					
Hazelnuts					
Walnuts					
Cashews					
Pecan nuts					
Brazil nuts					
Pistachio nuts					
Macadamia nuts					
Queensland nuts					
Celery and products thereof					
Mustard and products thereof					
Sesame seeds and products thereof					
Sulphur dioxide and sulphites*					
Lupine and products thereof					
Molluscs and products thereof					
<p>(1) Mark Y when the allergen is an ingredient (or is a constituent of an ingredient) declared in the label or a non declared processing aid, supports, solvents and/or carrier present in the supplied material.</p> <p>(2) Mark Y when the allergen is present in the same manufacturing line as ingredient, processing aid, supports, solvents, carrier or lubricant..</p> <p>(3) Mark Y when the allergen is present in other manufacturing line of the same plant as ingredient, processing aid, supports, solvents, carrier or lubricant..</p> <p>(4) Mark Y when there is a significant risk the material supplied is cross-contaminated with the allergen because its ingredients, processing, supply chain, etc.</p> <p>Answering N has to be supported in a documented risk assessment and control plan.</p> <p>*at concentrations > 10 ppm expressed as SO₂ (E220 to E228)</p>					
Which measures are implemented to minimize the allergen cross-contamination? Please send us a statement.					
10. GMO / IRRADIATION / RSPO / UTZ / NANO					
GMO					
Does the product require labelling according to Regulation (EC) 1829/2003 and 1830/2003?					
				<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no
Do you use any GMO ingredients on site?				<input type="checkbox"/> yes	<input type="checkbox"/> no
If so, how do you guarantee conformity with Regulation (EC) 1829/2003 and 1830/2003? (e.g. supplier statement, IP-Certificates, PCR analysis etc.)					
Please send us the IP certificate if the product contains soya, corn or rape					
Please send us your GMO statement					

Figura A.3: Anexo I - Raw Material Specification (3/4)

IRRADIATION		
Does the product require labelling according to Regulation (EU) 1169/2011? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no		
RSPO		
Does the product contain palm oil? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no		
If yes, is the palm oil certified according to RSPO? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no		
If yes, which RSPO supply chain model is used (MB, SG, IP)? Please send us your certificate <input type="checkbox"/> MB <input type="checkbox"/> SG <input type="checkbox"/> IP		
UTZ		
Is the product UTZ certified? If yes, please send us your certificate <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no		
NANO		
Does the product contain nano particles/ material according to definition in Regulation (EU) 1169/2011? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no <input type="checkbox"/> N.A.		
11. HACCP		
Please send us a corresponding flow chart of the manufacturing process and CCP's summary.		
Foreign bodies control	Existing	Description (e.g. detection limits, sieve size, sensitivity, camera, laser, x-ray sorting etc.)
sieves / filters		
metal detector		
magnet		
automatical sorting		
manual sorting		
others:		
<p>Microbiological stability:</p> <p>Are all ingredients submitted to a thermal treatment equivalent to T ≥ 76°C for 16 sec? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>Is the material submitted to a thermal treatment equivalent to T ≥ 76°C for 16 sec? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>If yes, how the material is packed? <input type="checkbox"/> Hot, T > 80°C <input type="checkbox"/> Aseptic Others (please, specify): _____</p> <p>Is the material unable to support the growth of pathogens? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>If yes, what is the limiting factor? <input type="checkbox"/> Aw* <input checked="" type="checkbox"/> pH* Others (please, specify): _____</p> <p><small>* Aw and/or pH specifications must be indicated in section 8, if applicable</small></p> <p>Is the product conform to regulation 1881/2006/EC and amendments concerning maximum levels for contaminants in foodstuffs (Nitrate, mycotoxins, heavy metals, dioxins and PCBs, PHA)? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>Is the product conform to regulation 396/2005/EC and amendments concerning maximum residue levels of pesticides in or on food and feed of plant and animal <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>Please attach the results of the last analysis carried out (at least one per year)</p> <p>Is the product a hazard material? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no</p> <p>If your product is subjected to relevant EU regulation, please attach a corresponding Material Data Safety Sheet (MSDS). This document is mandatory for flavours, enzymes and additives.</p>		
Packaging selling unit		e.g. 3x12kg
	Type	Net Weight (kg)
primary packaging:		
secondary packaging:		
tertiary packaging:		
Is the product packaging in compliance with Regulations (EC) 1935/2004, (EC) 2023/2006, (EC) 72/2002, (EC) 10/2011 where applicable? <input type="checkbox"/> yes <input type="checkbox"/> no		
For primary packaging please send us the food approval / declaration of conformity		
storage conditions:		
shelf life:		
15. AGREEMENT AND SIGNATURE		

Figura A.4: Anexo I - Raw Material Specification (4/4)

Anexo II. Ficha de especificação de produto final utilizada na Empresa X, ilustrada na Figura A.5.

Especificação do produto				
Produto X				
Código X				
Informação Geral				
Denominação legal				
Descrição do produto				
Aplicação				
Composição				
Ingrediente	Descrição	Número E	Fonte	
Informação Nutricional				
Nutriente	Valor	Unidade		
Alergénios				
Substância	Presença	Fonte		
Informações sobre a dieta				
Halal				
Kosher				
Vegan				
Vegetariano				
UTZ				
RSPO				
Parâmetros sensoriais				
Sabor				
Odor				
Cor				
Textura				
Parâmetros Microbiológicos				
Parâmetros	Objetivo	Mínimo	Máximo	Método
Parâmetros Químicos/ físicos				
Parâmetros	Objetivo	Mínimo	Máximo	Método
Informação regulamentar				
Directivas/Regulamentos de legislação alimentar:				
Regulamento (CE) 1333/2008 (Aditivos alimentares) e respectivas alterações				
Regulamento (UE) 231/2012 (especificações para os aditivos alimentares)				
Regulamento (CE) 1169/2011 (Regulamento para rotulagem) e respectivas alterações				
Regulamento (CE) 1334/2008 (Aromas)				
Contaminantes:				
O conteúdo de certos contaminantes corresponde aos requisitos do Regulamento (CE) 1881/2006 (teores máximos de certos contaminantes) e respectivas alterações				
Resíduos de pesticidas:				
O produto está de acordo com o Regulamento (CE) 396/2005 relativo à fixação dos níveis máximos de resíduos de pesticidas nos géneros alimentícios e respectivas alterações.				
Materiais de Contato com Alimentos:				
Os materiais de embalagem correspondem aos requerimentos do Regulamento (CE) 1935/2004 e Regulamento (UE) 10/2011 para materiais de plástico, e respectivas alterações				
Declaração OGM				
Este produto não será sujeito a indicação de ingredientes, de acordo com o artigo 13º do Regulamento (CE) nº 1829/2003 e 1830/2003 relativos a géneros alimentícios modificados geneticamente, de 22 de Setembro de 2003. Esta declaração baseia-se na documentação do fornecedor relativa à origem dos ingredientes declarados, complementada com outros dados quando necessário.				
Instruções de armazenamento e vida útil				
Condições de armazenamento				
Data de consumo preferencial				
Informação de embalagem				
Embalagem primária				

Figura A.5: Anexo II - Especificação do Produto Final.

Anexo III. Ficha de ensaio de I&D utilizada para todos cremes, ilustrada na **Figura**

A.6.

Ficha de ensaio						
			Data			
Creme X		código Creme X	REF		Teste #	
			%	g	%	g
#Lote MP 1	MP 1	código MP 1	%	g	%	g
#Lote MP 2	MP 2	código MP 2	%	g	%	g
#Lote MP 3	MP 3	código MP 3	%	g	%	g
#Lote MP 4	MP 4	código MP 4	%	g	%	g
#Lote MP 5	MP 5	código MP 5	%	g	%	g
#Lote MP 6	MP 6	código MP 6	%	g	%	g
#Lote MP 7	MP 7	código MP 7	%	g	%	g
#Lote MP 8	MP 8	código MP 8	%	g	%	g
#Lote MP 9	MP 9	código MP 9	%	g	%	g
#Lote MP 10	MP 10	código MP 10	%	g	%	g
#Lote MP 11	MP 11	código MP 11	%	g	%	g
#Lote MP 12	MP 12	código MP 12	%	g	%	g
			0,00	0,00	0,00	0,00

receita
g mix + g açúcar + g água
batedeira
seg (v2) + # min (v3)

tara saco	valor
peso total	valor
cor	descrever
sabor/aroma	descrever
espessura	descrever
teste forno: 180°C, 15min	sim/não
textura 45m	valor
pH	valor
Estabilidade forno	descrever
Observações/ Recomendações	

intervalo	valor
intervalo	valor
	descrever
	descrever
	descrever
	descrever
	descrever
	descrever
	descrever
	descrever

Figura A.6: Anexo III - Ficha de Ensaio.

Anexo IV. Questionário de prova sensorial triangular utilizada na Empresa X, ilustrada na **Figura A.7**.

QUESTIONÁRIO PROVA TRIANGULAR		
Nome e apelido:		
Data:		
Prova:		
Vamos entregar-lhe três amostras.		
Por favor, comprove que a codificação das amostras e a ordem de apresentação das mesmas coincidem com o que aparece no seu questionário.		
Duas destas amostras são idênticas, a outra é diferente. Procure identificar a amostra que é diferente.		
Para tal, prove as amostras que lhe entregaram, uma a uma, da esquerda para a direita. Após ter provado uma primeira vez por esta ordem, pode voltar a provar as vezes que achar necessário.		
P1 - Indique, por favor, qual é a amostra diferente. Se as três amostras lhe parecerem iguais, escolha uma delas ao acaso.		
Código:	_____	_____
	<input type="text"/>	<input type="text"/>
	<input type="text"/>	<input type="text"/>
P2 - Escolheu a amostra diferente ao acaso?		
Sim, escolhi ao acaso.		
Não, acredito saber qual é a diferente.		
P3 - Descreva o que considera diferente nas amostras, deixando sempre bem claro a que amostra se refere.		

Figura A.7: Anexo IV - Questionário de prova triangular organolética.

Anexo V. Ficha de avaliação colorimétrica utilizada em todos os cremes, ilustrada na **Figura A.8.**

Avaliação colorimétrica																								
			Data																					
			REF		SEM		T																	
Creme X	Código creme X		%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 1	MP 1	Código MP 1	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 2	MP 2	Código MP 2	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 3	MP 3	Código MP 3	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 4	MP 4	Código MP 4	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 5	MP 5	Código MP 5	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 6	MP 6	Código MP 6	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 7	MP 7	Código MP 7	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 8	MP 8	Código MP 8	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 9	MP 9	Código MP 9	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 10	MP 10	Código MP 10	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 11	MP 11	Código MP 11	%	g	%	g	%	g																
#Lote MP 12	MP 12	Código MP 12	%	g	%	g	%	g																
			0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00																
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-bottom: 2px;">receita</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-bottom: 2px;">g mix + g açúcar + g água</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-bottom: 2px;">batedeira</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;"># seg (v2) + # min (v3)</div>																								
<div style="border: 1px solid black; padding: 2px; margin-bottom: 2px;">tara saco</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 2px;">peso total</div>																								
			<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 20%;"></td> <td style="width: 20%;"></td> <td style="width: 20%;"></td> <td style="width: 20%;"></td> <td style="width: 20%;"></td> </tr> </table>																					
			<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th style="width: 20%;">Branco</th> <th style="width: 20%;">Ref</th> <th style="width: 20%;">Sem</th> <th style="width: 20%;">T</th> </tr> <tr> <td>L*</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>a*</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>b*</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </table>						Branco	Ref	Sem	T	L*				a*				b*			
Branco	Ref	Sem	T																					
L*																								
a*																								
b*																								

Figura A.8: Anexo V - Ficha de análise colorimétrica.

Anexo VI. Resumo dos ensaios para todos os cremes, ilustrado na Tabela A.1.

Tabela A.9.1: Anexo VI - Resumo dos ensaios para todos os cremes.																					
# de Ensaios Preliminares														# de Ensaios Primários	# de Ensaios Secundários						
Controlo	ML1	ML2	ML3	ML4	ML5	ML6	C1	C2	C3	C4	C5	ME1	ME2	ME1	ML1	ML2	A1	A2	C1	Total ensaios	
Creme 1	1	2	10	7	4	1	2	1	3	2	1	6	3	3	6	7	3	8	5	19	94
Creme 2	1	n.a.												3	0	0	0	3	0	7	
Creme 3	1													4	0	0	0	1	0	6	
Creme 4	1													3	0	0	0	0	0	4	
Creme 5	1													4	0	0	0	0	0	5	
Creme 6	1													2	0	0	1	1	1	6	
n.a. Não aplicável																					